
**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**

*Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials and
refractory products*
*Part 2: Determination of loss on ignition, total carbon, free carbon and
silicon carbide, total and free silica and total and free silicon*



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 21068-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-35c26d15f714/iso-21068-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-35c26d15f714/iso-21068-2-2008>



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	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Détermination du changement de masse	1
4.1 Généralités	1
4.2 Détermination de la perte au séchage à 250 °C (LOD₂₅₀), méthode gravimétrique	2
4.3 Détermination de la perte au feu sous argon (LOI_{Ar})	3
4.4 Détermination de la variation de masse par un traitement thermique préparatoire dans l'air.....	5
4.5 Détermination de la perte au feu à 750 °C (LOI₇₅₀)	6
4.6 Détermination de la perte au feu à 850 °C (LOI₈₅₀)	7
4.7 Détermination de la perte au feu à 1 050 °C (LOI_{1 050}).....	7
5 Détermination de la teneur en carbone total	8
5.1 Généralités	8
5.2 Techniques de combustion.....	9
5.3 Techniques de détection	13
5.4 Méthodes de détection.....	18
6 Détermination de la teneur en carbone libre	25
6.1 Généralités	25
6.2 Décomposition de l'échantillon par combustion	25
6.3 Techniques de détection	25
6.4 Méthodes de détection directe.....	25
6.5 Méthodes de détection indirecte	30
6.6 Dosage direct du carbone libre par oxydation humide	35
7 Détermination de la teneur en carbure de silicium, SiC	35
7.1 Généralités	35
7.2 Dosage du carbure de silicium, SiC, par la méthode quantitative indirecte	35
7.3 Dosage du carbure de silicium, SiC, par la méthode quantitative directe	36
7.4 Dosage du carbure de silicium, SiC, au moyen de la méthode de calcination à 750 °C.....	37
7.5 Dosage du carbure de silicium, SiC, au moyen d'une méthode chimique.....	38
8 Détermination de la teneur en silicium total au moyen de la silice	39
8.1 Principe.....	39
8.2 Réactifs.....	40
8.3 Matériel	40
8.4 Mode opératoire.....	40
8.5 Essai à blanc.....	41
8.6 Calcul	41
9 Détermination de la teneur en silicium libre.....	42
9.1 Principe.....	42
9.2 Traitement préparatoire à l'acide chlorhydrique.....	42
9.3 Dosage du silicium par dégagement d'hydrogène	42
9.4 Dosage du silicium par mutation de l'argent.....	45
10 Détermination de la teneur en silice, SiO₂.....	47
10.1 Généralités	47
10.2 Détermination de la teneur en silice combinée et/ou libre, SiO₂.....	47

10.3	Détermination de la silice libre, SiO ₂	47
10.4	Détermination du dioxyde de silicium à la surface, SiO ₂ surf.....	47
11	Expression des résultats	48
12	Rapport d'essai	48
Annexe A (informative) Exemples de CRM pour la calibration de l'analyseur de carbone		49
Bibliographie		50

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21068-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-35c26d15f714/iso-21068-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-35c26d15f714/iso-21068-2-2008>

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 21068-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Produits réfractaires*.

L'ISO 21068 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbone 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 combinaison avec la Norme japonaise JIS 2011 [6] et les études mises au point à l'origine par le CEN. Du fait du grand nombre de matériels de laboratoire utilisés, les méthodes les plus couramment utilisées 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 (toutes les parties) [2]-[5] (matériaux façonnés) et l'ISO 1927 [1] (matériaux non façonnés) et des matières premières contenant du carbone et/ou du carbure de silicium. Par conséquent, la présente partie de l'ISO 21068 couvre toute l'étendue de l'analyse, du carbure de silicium pur 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 de carbone comme le carbone total (C_{total}) et le carbone libre (C_{free}) et en tire la teneur en carbure de silicium.

Si du carbone libre est présent, la présente partie de l'ISO 21068 inclut les différents types de traitement thermique afin de déterminer les changements de masse par gravimétrie. Le résidu est fréquemment utilisé pour d'autres dosages.

Le dosage d'autres groupes de substances à analyser 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}) et le groupe d'oxydes des principaux composants à tracer.

La présente partie de l'ISO 21068 décrit également l'analyse chimique du SiO_2 , du Si total, des métaux liés à l'oxygène, à l'azote et autres oxydes que l'on rencontre typiquement dans les matériaux.

La présente partie de l'ISO 21068 représente une liste des méthodes d'analyse structurée approximativement selon la composition du matériau. Cependant, il appartient toujours à l'utilisateur d'apporter la démonstration de l'applicabilité de la méthode en fonction du matériau et des exigences de l'analyse.

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

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21068 spécifie des techniques d'analyse permettant de déterminer la variation de masse apportée par un traitement thermique à des températures spécifiées ainsi que des méthodes permettant de déterminer la teneur totale en carbone, ainsi que la teneur en carbone libre, carbure de silicium, silicium, silice totale et en silice libre de carbure de calcium contenant des matières premières et des produits réfractaires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

ISO 9286:1997, *Abrasifs en grains ou en roche — Analyse chimique du carbure de silicium*

ISO 10060, *Produits réfractaires façonnés denses — Méthodes d'essai pour les produits contenant du carbone*

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*

EN 12698-1:2007 *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du carbure de silicium lié au nitrure — Partie 1: Méthodes chimiques*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 21068-1 s'appliquent.

4 Détermination du changement de masse

4.1 Généralités

La détermination de la variation de masse est définie comme une perte ou une augmentation de la masse, provoquée par un traitement thermique. Il existe plusieurs méthodes possibles en fonction du matériau de l'échantillon, de la température et des conditions ambiantes. Le changement de masse est déterminé par le

biais d'une méthode gravimétrique. Les traitements thermiques dans l'air entraîneront une perte de matières volatiles et de carbone et une augmentation de la masse due à l'oxydation, alors qu'un traitement thermique sous argon ne provoquera qu'une perte de matière volatile.

Le résidu est normalement utilisé pour d'autres dosages. Par conséquent, le changement de masse est pris en considération pour le calcul du résultat de l'analyse. La méthode d'analyse qui est appliquée au résidu dépend de la matrice et des paramètres à déterminer. Il appartient à l'utilisateur de sélectionner la méthode d'analyse appropriée.

Le Tableau 1 donne un aperçu des méthodes de détermination du changement de masse par prétraitements thermiques et leurs différentes applications.

Tableau 1 — Méthodes et applications de la détermination du changement de masse

Titre court de méthode	Température	Article	Application
Perte au séchage (LOD ₂₅₀)	250 °C	4.2	Eau liée et eau combinée chimiquement sont éliminées par exemple dans l'argile contenant des formulations plastiques
Perte au feu sous argon (LOI _{Ar})	750 °C	4.3	Tous composés volatils hors le brai ou formulations liées de résine sont enlevés
Changement de masse dans l'air	200 °C	4.4	Composés volatils éliminés des formulations liées de résine
	400 °C	4.4	Composés volatils éliminés des formulations liées de brai
Changement de masse (LOI ₇₅₀)	750 °C	4.5	Les deux procédures conviennent pour éliminer le carbone (par exemple du graphite) des formulations réfractaires. Si du SiC granuleux fin est présent, le soin devrait être pris parce que SiC peut être aussi bien oxydé
Perte au feu (LOI ₈₅₀)	850 °C	4.6	
Perte au feu (LOI _{1 050})	1 050 °C	4.7	Perte ou gain de masse; eau liée, eau combinée chimiquement, carbone, composés organiques (par exemple brai, résine), carbure de silicium, et métaux est enlevée

4.2 Détermination de la perte au séchage à 250 °C (LOD₂₅₀), méthode gravimétrique

4.2.1 Principe

L'échantillon pour essai est chauffé à 250 °C ± 10 °C et la perte en masse correspondant à l'eau liée est déterminée.

4.2.2 Matériel

4.2.2.1 Récipient résistant à la chaleur, ayant des dimensions, par exemple, de 200 mm × 150 mm × 30 mm, fabriqué en acier inoxydable.

4.2.3 Mode opératoire

Chauffer le récipient résistant à la chaleur à une température de 250 °C ± 10 °C pendant 30 min. Refroidir dans un dessiccateur, peser et consigner sa masse à vide, m_0 , à 0,01 g près.

Transférer l'échantillon dans le récipient et l'étaler bien à plat. Ensuite, peser et consigner la masse, m_1 , du récipient et de l'échantillon à 0,01 g près.

Placer le récipient sans couvercle dans un bain d'air et chauffer à $250\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ pendant 16 heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser et consigner la masse, m_2 , du récipient et de l'échantillon séché à 0,01 g près.

4.2.4 Calcul

Calculer la perte au séchage à 250 °C , LOD_{250} , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (1).

$$\text{LOD}_{250} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

m_0 est la masse du récipient vide, en grammes;

m_1 est la masse du récipient plus celle de l'échantillon avant séchage, en grammes;

m_2 est la masse du récipient plus celle de l'échantillon après séchage, en grammes.

4.3 Détermination de la perte au feu sous argon (LOI_{Ar})

4.3.1 Principe

Traitement préparatoire sous argon à 750 °C pour éliminer les matières volatiles. La perte de matière volatile est déterminée au moyen d'une méthode gravimétrique.

Le résidu (R_{Ar}) est normalement utilisé pour le dosage de C_{total} , SiC et C_{free} (par conséquent, ce paramètre sera indexé par R_{Ar}); le changement de masse doit être pris en considération pour le calcul du résultat.

4.3.2 Matériel

Matériel courant de laboratoire ainsi que les éléments suivants.

4.3.2.1 Tube en U, comportant des bouchons rodés et rempli de perchlorate de magnésium.

4.3.2.2 Four à résistance, chauffant et réglable à $(750 \pm 25)\text{ °C}$, au centre de la zone de chauffe.

4.3.2.3 Thermocouple avec écran, enregistrant jusqu'à $1\ 200\text{ °C}$.

4.3.2.4 Tube en céramique, comportant des cônes ou autres connecteurs imperméables au gaz, d'un diamètre interne $\geq 16\text{ mm}$, fabriqué en porcelaine, sillimanite, quartz ou autre matériau adapté.

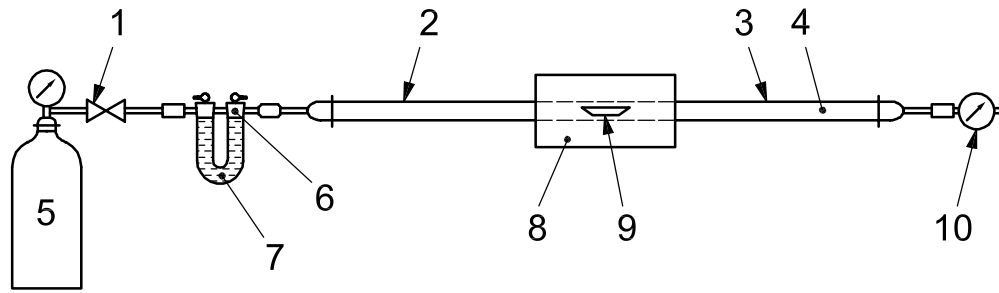
4.3.2.5 Nacelles ouvertes, en céramique non émaillée, dont la longueur est fonction de la zone du four où la température est constante, suffisamment larges pour recevoir la quantité d'échantillon requise pour la détermination.

4.3.2.6 Un débitmètre de gaz, ayant une plage de lecture allant jusqu'à 20 l/h .

Il convient que les éléments conducteurs d'argon tels que les tubes et raccords soient réalisés à partir d'un matériau étanche à la diffusion d'oxygène. Les matériaux à utiliser de préférence sont le verre et le cuivre. La silicone n'est pas adaptée.

4.3.2.7 Montage d'essai

Le montage d'essai est configuré comme l'indique la Figure 1.



Légende

- | | | | | | |
|---|---------------------------------------|---|--------------------------|----|-------------------|
| 1 | vanne pour le contrôle de la pression | 5 | bouteille d'argon | 9 | nacelle |
| 2 | zone froide B | 6 | laine de verre | 10 | débitmètre de gaz |
| 3 | zone froide A | 7 | perchlorate de magnésium | | |
| 4 | tube en céramique | 8 | four à résistance | | |

Figure 1 — Installation du matériel pour la détermination de la perte au feu sous argon

4.3.3 Réactifs

4.3.3.1 Argon, 99,997 %.

4.3.4 Mode opératoire

4.3.4.1 Vérification du montage d'essai, détermination de la valeur de l'essai à blanc

Pour vérifier un montage d'essai récemment configuré ou effectuer des vérifications de routine, quelques échantillons, dont la teneur en matières volatiles est connue, doivent être calcinés comme décrit en 4.3.4.2 avant d'examiner l'échantillon d'analyse.

La différence entre le résultat obtenu conformément à 4.3.4.2 et la teneur en matières volatiles connue doit être prise en compte comme valeur à blanc.

4.3.4.2 Dosage

Effectuer au moins deux dosages.

Avant de l'utiliser, passer le matériel pendant au moins 15 min sous un courant d'argon.

Peser la nacelle vide qui a été préalablement chauffée à $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$ et consigner la masse m_0 . Peser 2 g d'échantillon à 0,001 g près dans une nacelle et consigner la masse, m_1 .

Placer la nacelle et l'échantillon dans la zone froide A du matériel à $\leq 200^\circ\text{C}$. Faire passer l'argon à travers la zone froide à un débit garantissant cinq changements de gaz dans le tube pendant 15 min.

Placer l'échantillon au centre de la zone de chauffe et calciner pendant 20 min. à $(750 \pm 25)^\circ\text{C}$, sans interrompre le courant d'argon.

Déplacer la nacelle dans la zone froide B et refroidir sous courant d'argon à $\leq 200^\circ\text{C}$.

NOTE Il faut en général compter 20 min pour refroidir l'échantillon.

Laisser refroidir la nacelle à température ambiante dans un dessiccateur et peser à 0,001 g près; consigner la masse finale, m_2 .

Répéter la calcination sous courant d'argon à (750 ± 25) °C jusqu'à masse constante, c'est-à-dire lorsque deux mesurages effectués à un intervalle de 30 min ne diffèrent pas de plus de 5 mg.

Si le résidu est nécessaire pour le dosage d'autres composants, l'homogénéiser et le conserver, dans un dessiccateur, dans un vase à pesée fermé.

4.3.5 Calcul

Calculer la perte au feu sous argon à 750 °C, LOI_{Ar} , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (2).

$$LOI_{Ar} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (2)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la nacelle vide;

m_1 est la masse, en grammes, de la nacelle plus celle de l'échantillon avant calcination;

m_2 est la masse, en grammes, de la nacelle plus celle de l'échantillon après calcination.

NOTE La perte en masse est désignée par le signe moins.

4.4 Détermination de la variation de masse par un traitement thermique préparatoire dans l'air

Pour les matériaux liés de résine et de brai, un traitement préparatoire à l'aide d'un échantillon doit être effectué conformément à l'ISO 10060, ou le mode opératoire suivant doit être suivi:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-3002a5744302/iso-10060-2005>

Généralement, avant les phases de broyage et d'écrasement, soumettre un échantillon d'environ 1 kg à un traitement thermique de la manière suivante:

- a) matériaux liés par la résine: 200 °C pendant 18 h à l'air;
- b) matériaux liés au brai: 400 °C pendant 18 h à l'air.

Calculer le changement de masse à 200 °C/400 °C, D , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (3).

$$D = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (3)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du récipient vide;

m_1 est la masse, en grammes, du récipient plus celle de l'échantillon avant traitement thermique préparatoire;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient plus celle de l'échantillon après calcination.

Consigner le résultat à 0,1 % près.

Lorsque la nature du carbone libre est inconnue, effectuer tout d'abord une analyse thermogravimétrique pour déterminer la température du traitement thermique.

4.5 Détermination de la perte au feu à 750 °C (LOI₇₅₀)

4.5.1 Principe

Détermination de la variation de masse en fonction du temps, par calcination à 750 °C dans un four à moufle électrique. La perte ou l'augmentation de masse est déterminée au moyen d'une méthode gravimétrique.

4.5.2 Appareillage

4.5.2.1 Four à moufle, avec régulation thermique de 100 °C à 1 000 °C.

4.5.2.2 Capsule en verre de silice, en porcelaine, ou en platine, d'environ 60 mm de long et 35 mm de large.

4.5.2.3 Balance, capable de peser jusqu'à 0,1 mg.

4.5.3 Mode opératoire

Peser la capsule vide qui a été préalablement chauffée (750 ± 25) °C et consigner la masse m_0 . Peser environ 2,5 g à 3,5 g d'échantillon pour essai, à 0,001 g près, séché à 110 °C dans la capsule et consigner la masse, m_1 .

Placer la capsule et l'échantillon dans le four à moufle porté à une température de 500 °C pendant 20 min.

Faire monter la température du four à 750 °C et calciner l'échantillon pendant 1 h 30 min à partir du moment où le four a atteint la température d'essai.

Retirer la capsule du four et la laisser refroidir à la température ambiante dans un dessiccateur.

Peser la capsule et l'échantillon. Consigner la masse, m_2 .

Remettre la capsule et l'échantillon dans le four pendant 30 min supplémentaires et vérifier si l'on a une perte de masse supplémentaire. Si tel est le cas, répéter le mode opératoire dans son ensemble.

NOTE En présence d'une augmentation de masse après la deuxième calcination, ne pas effectuer d'autre calcination car cela peut indiquer une possible oxydation de certains éléments.

4.5.4 Calcul

Calculer la perte au feu à 750 °C, LOI₇₅₀, exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (4).

$$\text{LOI}_{750} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (4)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la capsule vide;

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule plus celle de l'échantillon avant calcination;

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule plus celle de l'échantillon après calcination.

NOTE Le résultat ainsi obtenu ne peut pas être considéré comme étant la teneur en carbone libre.

4.6 Détermination de la perte au feu à 850 °C (LOI₈₅₀)

4.6.1 Appareillage

4.6.1.1 **Capsule**, en platine ou en porcelaine (par exemple de Type B de 20 ml).

4.6.2 Mode opératoire

Chauffer la capsule en platine à 850 °C ± 25 °C pendant 15 min, la refroidir dans un dessiccateur, puis la peser. Consigner la masse de la capsule vide, m_0 .

Peser 5,0 g d'échantillon, à 0,1 g près, dans la capsule en platine et l'étaler largement en couche fine. Consigner la masse de la capsule, m_1 , plus celle de l'échantillon, m_1 .

Placer la capsule en platine sans couvercle dans un four électrique et faire passer la température de la température ambiante à 850 °C ± 25 °C; et laisser chauffer pendant 3 heures. Placer le couvercle sur la capsule en platine, refroidir dans un dessiccateur, puis la peser et consigner la masse m_2 .

En cas de fusion de l'échantillon contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium et du silicium (sous forme métallique), il convient de faire monter la température progressivement pendant plusieurs heures jusqu'à ce qu'elle soit comprise entre 700 °C et 850 °C. Il existe un risque d'attaque de la capsule en platine si la température monte rapidement à plus de 850 °C.

4.6.3 Calcul

Calculer la perte au feu à 850 °C ± 25 °C, R , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (5).

$$R = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (5)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la capsule vide;

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule plus celle de l'échantillon avant calcination;

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule plus celle de l'échantillon après calcination.

Transférer le résidu après la pesée dans un mortier en agate, le broyer et le mélanger légèrement pour le rendre homogène, puis le transférer dans un vase à peser à fond plat (50 mm × 30 mm) et le conserver dans un dessiccateur. L'utiliser pour le dosage de chaque composant.

4.7 Détermination de la perte au feu à 1 050 °C (LOI_{1 050})

4.7.1 Principe

Un échantillon est chauffé à 1 050 °C ± 25 °C et la perte ou le gain de masse provenant de la perte en eau liée, en eau de cristallisation, en carbone, en composés organiques, en carbure de silicium et en métaux est déterminé par gravimétrie.

4.7.2 Appareillage

4.7.2.1 **Creuset**, en platine ou en porcelaine (par exemple de Type B de 20 ml).

4.7.3 Mode opératoire

Chauffer le creuset à $1\ 050\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant une durée spécifiée, refroidir dans le dessiccateur et peser le creuset en platine ou en porcelaine vide et consigner la masse, m_0 .

Il convient que les creusets en platine soient chauffés pendant 15 min environ et que les creusets en porcelaine soient chauffés pendant 60 min environ.

Peser 1,0 g d'échantillon sec dans le creuset en porcelaine ou en platine à 0,1 mg près, étaler en couche fine et peser la masse du creuset et de l'échantillon puis consigner la masse, m_1 .

Placer le creuset sans couvercle dans un four à moufle électrique et faire monter progressivement la température à $1\ 050\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. Maintenir cette température pendant 60 min environ et laisser refroidir avec un couvercle. Peser la masse du creuset plus celle de l'échantillon calciné et consigner la masse, m_2 .

4.7.4 Calcul

Calculer la perte au feu, $LOI_{1\ 050}$, exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (6).

$$LOI_{1\ 050} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (6)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du creuset vide;

m_1 est la masse, en grammes, du creuset plus celle de l'échantillon avant calcination;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset plus celle de l'échantillon après calcination.

En présence d'une augmentation, il convient d'ajouter un signe moins devant la valeur numérique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d5b332-5d8a-401b-bb0c-35c26d15f714/iso-21068-2-2008>

5 Détermination de la teneur en carbone total

NOTE Des matériaux de référence certifiés (CRM) appropriés pour le calibrage d'un analyseur de carbone sont données dans l'Annexe A.

5.1 Généralités

La teneur en carbone total, w_{Ctotal} , peut être déterminée au moyen des méthodes suivantes:

- combustion avec de l'oxygène, en utilisant soit:
 - un four à résistance et un fondant à base de borate de plomb ou de la poudre d'étain comme agent accélérateur/de décomposition;
 - un four à induction et un fondant métallique comme accélérateur;
- méthodes de détection utilisant:
 - la coulométrie;
 - la gravimétrie;
 - la conductimétrie;
 - l'absorption dans l'infrarouge;
 - la conductivité thermique.

Les combinaisons habituelles du matériel disponible sont indiquées dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Combinaison habituelle du matériel permettant la détermination de la teneur en carbone

Matériel	Coulométrie	Conductimétrie	Gravimétrie	Absorption infrarouge	Conductivité thermique
Four à résistance	+	+	+	+	
Four à induction			+	+	+

Les modes opératoires de détermination de la teneur en carbone total sont par conséquent structurés en techniques de combustion, les techniques et méthodes de détection constituant le mode opératoire en laboratoire.

5.2 Techniques de combustion

5.2.1 Généralités

Deux techniques de combustion différentes avec des agents de décomposition/agents accélérateurs différents peuvent être utilisées.

5.2.2 Four à résistance sous oxygène et agents de décomposition en borate de plomb

5.2.2.1 Principe

L'échantillon est chauffé avec du borate de plomb sous balayage d'oxygène dans un four à résistance à tube pour convertir, par combustion, le carbone en dioxyde de carbone. La masse de l'échantillon et les détails relatifs à la combustion dépendent de la méthode de détermination utilisée. Les gaz de combustion sont conduits à travers un tube contenant du peroxyde d'urée pour absorber les produits de l'oxydation du soufre contenus dans l'échantillon. Le dioxyde de carbone est absorbé dans un milieu alcalin et déterminé par coulométrie, par gravimétrie, par conductimétrie ou par absorption dans l'infrarouge.

5.2.2.2 Réactifs

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique.

5.2.2.2.1 Oxygène, à 99,99 % ou à 99,5 %.

NOTE De l'oxygène à 99,99 % est utilisé si l'instrument n'a pas la capacité de purifier l'oxygène. De l'oxygène à 99,5 % est utilisé si l'instrument a la capacité de purifier l'oxygène.

5.2.2.2.2 Borate de plomb, 2 PbO, B₂O₃, préparé en faisant fondre 45 g d'oxyde de plomb de qualité analytique, de l'oxyde de plomb, PbO, avec 7 g de trioxyde de bore de qualité analytique, B₂O₃, pendant 10 min à (950 ± 25) °C, en refroidissant le produit de fusion en le versant sur une plaque d'aluminium propre, puis en le pulvérisant.

5.2.2.3 Matériel

Matériel courant de laboratoire ainsi que les éléments suivants.

5.2.2.3.1 Four à résistance avec un tube en céramique, pouvant être utilisé jusqu'à une température de 1 200 °C. Le four doit pouvoir garantir une température constante de (1 050 ± 25) °C au centre de la zone de chauffe. Le four doit être muni d'un thermocouple connecté à un dispositif permettant le mesurage de la température du four.