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

**Partie 3:
Dosage de l'azote, de l'oxygène
et des constituants métalliques et oxydés**

*Chemical analysis of silicon-carbide-containing raw materials
and refractory products —*

*Part 3: Determination of nitrogen, oxygen and metallic and oxidic
constituents*

ISO 21068-3:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4720706e-4a2e-4ecb-9d20-cef2e267b162/iso-21068-3-2008>



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 Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21068-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4720706e-4a2e-4ecb-9d20-cef2e267b162/iso-21068-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4720706e-4a2e-4ecb-9d20-cef2e267b162/iso-21068-3-2008>



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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définition	2
4 Dosage de l'azote et de l'oxygène	2
4.1 Généralités	2
4.2 Dosage combiné de l'oxygène et de l'azote au moyen d'un analyseur avec détection d'absorption infrarouge et conductivité thermique.....	2
5 Dosage de l'azote calculé sous la forme Si₃N₄	5
5.1 Généralités	5
5.2 Décomposition à l'acide — Méthode de titrage.....	5
5.3 Décomposition à l'acide — Méthode par photométrie	10
5.4 Fusion sous gaz inerte — Méthode par conductivité thermique.....	13
5.5 Dosage de l'azote total.....	17
6 Dosage du fer libre par spectroscopie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)	17
6.1 Généralités	17
6.2 Méthode au sulfate de cuivre	18
6.3 Méthode au méthanol/brome.....	20
7 Dosage de l'aluminium libre et du magnésium libre	22
7.1 Généralités	22
7.2 Décomposition à l'acide — Spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES).....	22
7.3 Décomposition à l'acide — Spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS).....	25
7.4 Méthode de génération d'hydrogène.....	26
8 Analyse des oxydes	26
8.1 Généralités	26
8.2 Méthodes par voie humide	27
8.3 Spectromètre d'absorption atomique et/ou d'émission à couplage inductif	27
8.4 Méthode de fusion par diffraction des rayons X après calcination de l'échantillon	28
8.5 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 calcium, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de sodium, de l'oxyde de potassium, de l'oxyde de chrome(III), de l'oxyde de zirconium et de l'oxyde de bore	29
9 Expression des résultats	31
10 Rapport d'essai.....	31
Annexe A (informative) Résultats statistiques obtenus avec une analyse des matériaux réfractaires contenant du carbone et/ou du carbure de silicium	32
Bibliographie.....	37

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 21068-3 a été élaborée par l'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 combinaison avec la Norme japonaise JIS 2011^[8] 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)^{[3]-[6]} (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 donne une liste de méthodes d'analyse grossièrement structurée conformément à la composition du matériau. Cependant, il revient toujours à l'utilisateur d'apporter la démonstration de l'applicabilité de la méthode selon le matériau et les exigences de l'analyse.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4720706e-4a2e-4ecb-9d20-cef2e267b162/iso-21068-3-2008>

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

Partie 3:

Dosage de l'azote, de l'oxygène et des constituants métalliques et oxydés

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21068 spécifie des méthodes permettant de doser l'azote total et l'azote calculés comme le nitrure de silicium, l'oxygène total et les composés libres métalliques et contenant de l'oxyde dans les matières premières et produits réfractaires de carbure de silicium.

Elle s'applique uniquement aux matériaux contenant du carbure de silicium qui ne sont pas liés à l'azote. Les matériaux contenant du carbure de silicium qui sont liés à l'azote sont couverts par l'EN 12698-1.

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, *Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs, dissolution et teneur en silice par gravimétrie*

ISO 10058-2, *Analyse chimique des produits de magnésie et de dolomie (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 10058-3, *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)*

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

ISO 20565-1, *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matériaux bruts contenant du chrome (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs, dissolution et teneur en silice par gravimétrie*

ISO 20565-2, *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matériaux bruts contenant du chrome (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 20565-3, *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matériaux bruts contenant du chrome (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)*

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*

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*

ISO 21079-1, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconite 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*

ISO 21079-2, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconite 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 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 21079-3, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconite 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 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

ISO 21587-1, *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs, dissolution et teneur en silice par gravimétrie*

ISO 21587-2, *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*

ISO 21587-3, *Analyse chimique des produits réfractaires d'aluminosilicates (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

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)*

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

3 Termes et définition

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

4 Dosage de l'azote et de l'oxygène

4.1 Généralités

Pour l'oxygène, seule la méthode de détection infrarouge est indiquée; en ce qui concerne l'azote, plusieurs méthodes différentes sont décrites, calculées de manière nominale sous forme de Si_3N_4 .

NOTE Le calcul relatif à l'azote sous la forme Si_3N_4 n'est applicable qu'en l'absence de tout autre nitrure ou dans le cas où la teneur est trop faible pour pouvoir être détectée par diffraction des rayons X; voir l'ISO 21068-1. Sinon, l'azote est consigné en tant qu'azote total.

4.2 Dosage combiné de l'oxygène et de l'azote au moyen d'un analyseur avec détection d'absorption infrarouge et conductivité thermique

4.2.1 Principe

La méthode fait appel à une analyse par fusion sous gaz inerte. Un échantillon préalablement pesé est disposé dans un creuset en graphite placé entre les électrodes d'un four à impulsions. Un courant d'une puissance de 5 kW (généralement) traverse le creuset, générant une température d'environ 2 800 °C.

NOTE 1 La température du four peut être réglée en augmentant ou en diminuant la tension/le courant électrique.

L'échantillon se décompose en libérant l'azote et l'oxygène éventuellement présents. L'azote libéré reste sous forme d'azote élémentaire, alors que l'oxygène se combine avec le carbone du creuset en graphite pour former du monoxyde de carbone. Les gaz de l'échantillon sont véhiculés par un gaz porteur à base d'hélium soit vers un catalyseur à cuivre en terre rare qui convertit le monoxyde de carbone en dioxyde de carbone, puis vers une cellule à infrarouge mesurant la présence du dioxyde de carbone, soit ils sont mesurés directement sans catalyseur en tant que monoxyde de carbone. Le flux gazeux traverse ensuite de la soude caustique afin d'éliminer le dioxyde de carbone, du perchlorate de magnésium afin d'éliminer toute présence d'humidité et, enfin, une cellule de conductivité thermique ou un autre analyseur adapté pour permettre la quantification de l'azote.

NOTE 2 Une méthode permettant de déterminer une teneur en oxygène inférieure à 3 % est donnée dans l'EN 725-3 [7].

Étant donné que l'échantillon se présentera toujours sous forme de poudre, il est recommandé de l'enfermer dans une petite capsule en nickel avant de le placer dans le creuset en graphite, de façon à empêcher toute perte d'échantillon au cours de l'analyse.

Lorsque des matériaux dont les températures de dissociation sont supérieures à $2\,400\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ sont analysés, il est recommandé d'incorporer un fondant (activateur de fusion) dans l'échantillon. Un panier en fils de nickel constitue un activateur adapté.

4.2.2 Réactifs

4.2.2.1 Capsule en étain ou en nickel, de dimensions adaptées et exempte d'oxygène et d'azote.

4.2.2.2 Panier en nickel, de dimensions adaptées et exempt d'oxygène et d'azote.

4.2.2.3 Dioxyde de carbone, pur à 99,998 %.

4.2.2.4 Azote, pur à 99,998 %.

4.2.2.5 Hélium, pur à 99,998 %.

4.2.3 Matériel

Matériel courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

4.2.3.1 Analyseur combiné pour l'azote/l'oxygène, disponible dans le commerce.

NOTE À défaut d'un analyseur combiné pour l'azote et l'oxygène, un analyseur distinct pour l'azote et/ou l'oxygène peut être utilisé.

4.2.4 Étalonnage

Étalonner l'instrument conformément aux recommandations du fabricant, qui peuvent inclure l'une des deux méthodes suivantes:

- a) à l'aide de matériaux de référence certifiés (primaire de préférence);
- b) par injection de volumes connus de dioxyde de carbone et d'azote purs dans le système de détection.

Si la méthode b) est utilisée, il est recommandé que le matériau de référence type soit analysé pour vérifier les performances du four à électrodes, des produits chimiques associés et du système de détection.

Dans les deux cas, la valeur moyenne de trois analyses au moins doit être utilisée pour l'étalonnage.

4.2.5 Mode opératoire

4.2.5.1 Généralités

Utiliser l'analyseur conformément au manuel de fonctionnement de l'équipement.

4.2.5.2 Dosage

Sécher et broyer l'échantillon (voir l'Article 4 de l'ISO 21068-1:2008). Le peser, à 0,1 mg près, dans la capsule en nickel et la fermer hermétiquement, en prenant soin d'expulser l'air présent.

NOTE La masse type d'un échantillon est d'environ 50 mg ± 1 mg. Cependant, en pratique, la masse de l'échantillon est déterminée par la combinaison de la plage dynamique de l'analyseur et de l'importance de la concentration en oxygène et en azote.

Placer la capsule en nickel dans le mécanisme de chargement de l'analyseur.

Effectuer l'analyse en deux étapes:

- a) chauffer le creuset en graphite à une température au moins aussi élevée que celle utilisée pour l'analyse pendant une période suffisante afin de permettre l'expulsion de l'azote et de l'oxygène piégés;
- b) verser l'échantillon dans le creuset en graphite et effectuer l'analyse.

En raison de la masse des échantillons en question, il convient que les résultats soient consignés sous forme de moyenne de trois dosages au moins.

4.2.5.3 Dosages à blanc

Bien que l'azote et l'oxygène éventuellement présents dans le creuset en graphite soient éliminés avant que l'analyse ne soit effectuée [voir 4.2.5.2 a)], de l'oxygène et de l'azote peuvent toujours être présents dans la capsule en étain et le panier en nickel. Réaliser des dosages à blanc et les soustraire des analyses suivantes. La valeur à blanc doit résulter de la moyenne d'au moins trois dosages.

Préparer une solution contenant environ 75 ml d'acide acétique, 25 ml d'acide nitrique et 1,5 ml d'acide chlorhydrique. Dans une hotte de laboratoire bien ventilée, porter la solution à une température de 55 °C ± 5 °C, immerger le panier en nickel dans la solution chauffée pendant une durée comprise entre 30 s et 60 s, retirer le panier en nickel de la solution, puis rincer immédiatement à l'eau courante. Immerger le panier en nickel dans de l'acétone chimiquement pur puis bien sécher et placer le panier en nickel nettoyé dans un dessiccateur.

4.2.5.4 Calcul

Calculer la teneur en azote et en oxygène, w_a , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de l'Équation (1).

$$w_a = w_m - b \quad (1)$$

où

w_m est la concentration en azote ou oxygène, respectivement, en pourcentage de la masse, mesurée dans l'échantillon; et

b est la détermination moyenne à blanc, respectivement de l'azote ou de l'oxygène, en pourcentage de la masse.

Consigner les résultats sous forme de moyenne de trois déterminations.

5 Dosage de l'azote calculé sous la forme Si_3N_4

5.1 Généralités

L'azote faisant l'objet du dosage est calculé sous la forme de nitrure de silicium. Le dosage du nitrure de silicium s'effectue à l'aide de l'une des méthodes suivantes:

- a) décomposition à l'acide avec séparation/pressurisation à l'aide d'une méthode de titrage par neutralisation/entraînement à la vapeur;
- b) décomposition à l'acide avec séparation/pressurisation par spectroscopie par absorption dans le bleu d'indophénol/entraînement à la vapeur; il convient que cette méthode soit utilisée pour des échantillons contenant du nitrure de silicium dont le pourcentage est inférieur à 2 % en masse;
- c) méthode de conductivité thermique/fusion sous gaz inerte.

Le calcul de Si_3N_4 en utilisant la teneur mesurée en azote ne se justifie et n'est opportun que si l'azote est chimiquement lié sous forme de nitrure de silicium quantitativement. Les méthodes décrites dans l'Article 4 sont en principe applicables au dosage de l'azote total. Lorsque la méthode décrite en 5.2 ou 5.3 est utilisée afin de doser l'azote total, il convient de vérifier le résultat obtenu au moyen d'une méthode telle que celle qui est décrite dans l'Article 4 ou en 5.4. Cela est dû à la résistance chimique élevée des nitrures, particulièrement en ce qui concerne les nitrures inconnus à côté de Si_3N_4 contenant l'échantillon.

5.2 Décomposition à l'acide — Méthode de titrage

5.2.1 Principe

Un échantillon est décomposé avec de l'acide sulfurique et de l'acide fluorhydrique dans un récipient de pressurisation afin que le nitrure de silicium se transforme en sel d'ammonium; de l'acide borique est ensuite ajouté à la composition. La solution qui en résulte est transférée dans un ballon à distiller. De la soude caustique est ajoutée dans le ballon et l'entraînement à la vapeur est réalisé; le distillat d'ammoniac est absorbé dans un acide amidosulfonique approprié. L'acide amidosulfonique restant est titré au moyen de soude caustique.

ISO 21068-3:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4720706e-4a2e-4ecb-9d20-cef2e267b162/iso-21068-3-2008>

5.2.2 Réactifs

Les solutions 5.2.2.1, 5.2.2.2 et 5.2.2.7 doivent être entreposées dans des bouteilles en plastique.

5.2.2.1 Acide fluorhydrique.

5.2.2.2 Acide sulfurique (1+1).

5.2.2.3 Acide borique.

5.2.2.4 Soude caustique (500 g/l).

5.2.2.5 Sulfate d'ammonium, d'une pureté supérieure à 99,9 % en masse. Chauffer à $110\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ pendant 3 h et refroidir dans un dessiccateur.

5.2.2.6 Solution d'acide amidosulfurique, 0,1 mol/l.

Peser 10,0 g, à 0,1 mg près, d'acide amidosulfurique (matériau de référence pour la volumétrie, ou réactif caractérisé par une pureté élevée supérieure à 99,99 % en masse). Dissoudre dans de l'eau, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

Calculer le facteur, F , pour la solution d'acide amidosulfurique de 0,1 mol/l à l'aide de l'Équation (2).

$$F = \frac{m_a \times P}{9,7095 \times 100} \quad (2)$$

où

m_a est la masse, en grammes, de l'acide amidosulfurique;

P est la pureté de l'acide amidosulfurique, en pourcentage de la masse.

5.2.2.7 Solution de soude caustique, 1 mol/l.

Peser 165 g de soude caustique dans un récipient étanche à l'air de 500 ml réalisé en polyéthylène, ajouter 150 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone pour la dissoudre et laisser reposer de 4 à 5 jours à l'abri du dioxyde de carbone. Prélever 54 ml de liquide excédentaire et le transférer dans un récipient étanche à l'air de 1 l réalisé en polyéthylène, ajouter de l'eau exempte de dioxyde de carbone dans le récipient pour le remplir totalement, bien mélanger et l'entreposer en le raccordant à un tube de chaux sodée.

5.2.2.8 Solution de soude caustique, 0,1 mol/l.

À l'aide d'une pipette, prélever 100 ml de la solution de soude caustique de 1 mol/l et transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer avec de l'eau exempte de dioxyde de carbone jusqu'à l'obtention de 1 000 ml, bien mélanger, placer dans un récipient étanche à l'air réalisé en polyéthylène et l'entreposer avec raccordement à un tube de chaux sodée.

Transférer précisément 50 ml d'une solution d'acide amidosulfurique de 0,1 mol/l (5.2.2.6) dans un bécher de 200 ml, diluer jusqu'à l'obtention d'environ 100 ml avec de l'eau et titrer avec la solution de soude caustique de 0,1 mol/l à l'aide d'un pH-mètre muni d'une électrode vitreuse. Déterminer le volume de titrage de la solution de soude caustique de 0,1 mol/l au point de virage dont le pH est de 5,5.

Calculer le facteur F' de cette solution de soude caustique de 0,1 mol/l à l'aide de l'Équation (3).

$$F' = \frac{F \times 50,00}{V} \quad (3)$$

où

F est le facteur de la solution d'acide amidosulfurique de 0,1 mol/l;

V est le volume de titrage, en millilitres, de la soude caustique de 0,1 mol/l.

5.2.3 Matériel

5.2.3.1 Récipient de pressurisation, pour la décomposition; le bouchon interne et le récipient sont réalisés en résine au polytétrafluoroéthylène et un bouchon externe ainsi qu'un récipient résistant à la pression sont réalisés en acier inoxydable.

Pour éviter la contamination par l'azote d'autres utilisations du récipient, réserver des récipients à pression seulement pour le dosage du nitrure de silicium.

5.2.3.2 Matériel d'entraînement à la vapeur comprenant les éléments énumérés de 5.2.3.2.1 à 5.2.3.2.6.

NOTE Un exemple de matériel d'entraînement à la vapeur est donné en Figure 1. Chaque composant est réalisé en verre de borosilicate, raccordé au moyen d'un joint commun en verre dépoli et fixé au moyen de pinces ou de ressorts.