

---

---

**Analyse chimique des matériaux  
réfractaires contenant de l'alumine, de la  
zircone et de la silice — Matériaux  
réfractaires contenant de 5 % à 45 % de  
ZrO<sub>2</sub> (méthode alternative à la méthode  
par fluorescence de rayons X) —**

iTeh STANDARD PREVIEW

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/bb12e12b-4ccb-4ccb-8a06-291214000000/iso-21079-3-2008>

*Chemical analysis of refractories containing alumina, zirconia, and  
silica — Refractories containing 5 % to 45 % of ZrO<sub>2</sub> (alternative to the  
X-ray fluorescence method) —*

*Part 3: Flame atomic absorption spectrophotometry (FAAS) and  
inductively coupled plasma 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 21079-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb12e12b-4ee6-4ec8-8a06-208fab4925f3/iso-21079-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb12e12b-4ee6-4ec8-8a06-208fab4925f3/iso-21079-3-2008>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Méthodes instrumentales par ICP-AES</b> .....	1
3.1 <b>Dosage de la silice résiduelle en solution par ICP-AES</b> .....	1
3.2 <b>Dosage, par ICP-AES, 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 chrome(III) et de l'oxyde de hafnium en utilisant les solutions mères (S1), (S'1) ou (S''1)</b> .....	3
3.3 <b>Dosage par ICP-AES de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium à l'aide des solutions mères (S4)</b> .....	7
4 <b>Méthodes instrumentales utilisant la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS)</b> .....	8
4.1 <b>Dosage, par spectrométrie FAA, de l'oxyde de calcium, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium en utilisant les solutions mères (S3)</b> .....	8
4.2 <b>Dosage de l'oxyde de chrome(III) par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS)</b> .....	10
5 <b>Expression des résultats d'essai</b> .....	12
6 <b>Rapport d'essai</b> .....	12
Bibliographie .....	13

ISO 21079-3:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bb2e12b-4ec6-4ec8-8a06-208fab4925f3/iso-21079-3-2008>

## 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 21079-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21079 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zirconie et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de ZrO<sub>2</sub> (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X)*:

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

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

## Partie 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 21079 spécifie des méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES) pour l'analyse des matières premières et des produits réfractaires AZS (alumine, zircone et silice), contenant de 5 % à 45 % de  $ZrO_2$  (zircone).

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

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

#### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 21079-1:2008, *Analyse chimique des matériaux réfractaires contenant de l'alumine, de la zircone et de la silice — Matériaux réfractaires contenant de 5 % à 45 % de  $ZrO_2$  (méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X) — Partie 1: Appareillage, réactifs et dissolution*

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 par ICP-AES

##### 3.1 Dosage de la silice résiduelle en solution par ICP-AES

###### 3.1.1 Principe

La teneur en silice résiduelle dans les solutions (S1) ou (S'1) est déterminée par ICP-AES.

**3.1.2 Réactifs**

**3.1.2.1 Généralités**

Préparer les réactifs indiqués de 3.1.2.2 à 3.1.2.4 et ceux spécifiés dans l'ISO 26845, si nécessaire.

**3.1.2.2 Solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV), SiO<sub>2</sub> 0,08 mg/ml.**

Transvaser 20 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (SiO<sub>2</sub>, 1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec de l'eau.

**3.1.2.3 Solution matricielle 1 ou 1'.**

Suivre le mode opératoire indiqué en 9.2.2.3 ou en 9.2.3.3 de l'ISO 21079-1:2008 sans l'échantillon, mais omettre le chauffage du mélange ou le carbonate de sodium anhydre. La solution équivalant à la solution mère (S1) ou (S'1) est désignée solution matricielle 1 ou 1', selon le cas.

**3.1.2.4 Série 2 de solutions d'étalonnage.**

Transvaser avec précision des parties aliquotes convenables de la solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV) (0,08 mg/ml) dans plusieurs fioles jaugées de 100 ml, en fonction de la composition des échantillons. Dans chaque fiole, ajouter 10 ml de solution matricielle 1 ou 1' et compléter au volume avec de l'eau.

Le Tableau 1 illustre un exemple type de préparation des solutions. Il convient de préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction des compositions des échantillons ainsi que du type et des capacités de l'appareillage utilisé.

(standards.iteh.ai)

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

Solution N°	Solution matricielle 1 ou 1' ml	Solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV) ml	Concentration de la solution SiO <sub>2</sub> 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 mère (S1) ou (S'1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008) comme suit.

Transvaser 10 ml de la solution mère (S1) ou (S'1) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau. Cette solution utilisée pour doser l'oxyde de silicium(IV) dissous est désignée solution mère diluée (S1d) ou (S1'd).

Nébuliser une prise de la solution mère diluée (S1d ou S1'd) dans le plasma d'argon du spectromètre d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AE) et mesurer l'intensité d'émission à la longueur d'onde de 251,611 nm, par exemple.

### 3.1.4 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.1.3 avec la solution témoin (B1) ou (B'1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008). La solution témoin diluée équivalant à la solution mère diluée (S1d) ou (S'1'd) est désignée solution témoin diluée (B1d ou B'1'd).

### 3.1.5 Traçage de la courbe d'étalonnage

En utilisant la série 2 de solutions d'étalonnage, suivre le mode opératoire d'émission décrit en 3.1.3. Tracer la courbe de relation entre l'intensité d'émission et la masse d'oxyde. Préparer la courbe d'étalonnage en l'ajustant de manière qu'elle passe par l'origine.

Il convient d'effectuer un nouvel étalonnage en utilisant les solutions d'étalonnage et les solutions témoins pour chaque série de dosages.

### 3.1.6 Calcul

Calculer la teneur en oxyde de silicium(IV),  $w_{\text{SiO}_2}$ , en fraction massique, exprimée en pourcentage, à partir de la quantité d'oxyde de silicium(IV) mesurée en 3.1.3 et en 3.1.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.1.5, à l'aide de l'Équation (1):

$$w_{\text{SiO}_2} = \frac{(m_1 - m_2) + (m_s - m_b) \times \frac{500}{10}}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

- iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)
- $m$  est la masse de la prise d'essai obtenue conformément à 9.2.2.2 ou à 9.2.3.2 de l'ISO 21079-1:2008, en grammes;
- $m_1$  est la masse obtenue conformément à 9.2.2.3 ou à 9.2.3.3 de l'ISO 21079-1:2008, en grammes;
- $m_2$  est la masse obtenue conformément à 9.2.2.4 ou à 9.2.3.4 de l'ISO 21079-1:2008, en grammes;
- $m_s$  est la masse d'oxyde de silicium(IV) dans la solution mère diluée (S1d ou S'1'd) décrite en 3.1.3, en grammes;
- $m_b$  est la masse d'oxyde de silicium(IV) dans la solution témoin diluée (B1d ou B'1'd) décrite en 3.1.4, en grammes.

## 3.2 Dosage, par ICP-AES, 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 chrome(III) et de l'oxyde de hafnium en utilisant les solutions mères (S1), (S'1) ou (S''1)

### 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 calcium, de l'oxyde de magnésium, de l'oxyde de chrome(III) et de l'oxyde de hafnium est mesurée au moyen du spectromètre ICP-AE pour les solutions mères (S1), (S'1) ou (S''1).

Cette méthode s'applique aux plages de détermination des composés dans les solutions (S1), (S'1) ou (S''1) indiquées dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Plages de détermination

Composé	Plage fraction massique en %
SiO <sub>2</sub>	0,1 à 10
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1 à 10
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01 à 2
TiO <sub>2</sub>	0,01 à 5
CaO	0,01 à 2
MgO	0,01 à 2
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,01 à 3
HfO <sub>2</sub>	0,01 à 2

NOTE 1 Si l'on utilise les solutions (S1) ou (S'1), le SiO<sub>2</sub> est sous forme de silice résiduelle. Si l'on utilise la solution mère (S"1), le SiO<sub>2</sub> est la quantité totale d'oxyde de silicium(IV).

NOTE 2 La présente méthode ne peut être appliquée aux teneurs en oxyde de silicium(IV) et en oxyde d'aluminium supérieures à 10 % en fraction massique.

### 3.2.2 Réactifs

#### 3.2.2.1 Généralités

Préparer les réactifs indiqués de 3.2.2.2 à 3.1.2.7 et ceux spécifiés dans l'ISO 26845, si nécessaire.

#### 3.2.2.2 Solution étalon de scandium, Sc 1,0 mg/ml

Sécher environ 0,2 g d'oxyde de scandium à  $(110 \pm 5)$  °C pendant 60 min et refroidir dans un dessiccateur. En peser 0,153 4 g, transférer dans un bécher de 100 ml, ajouter progressivement 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1) pour dissoudre, puis compléter à exactement 1 l avec de l'eau, dans une fiole jaugée.

Il est possible d'utiliser une solution étalon disponible dans le commerce.

#### 3.2.2.3 Solution étalon d'yttrium, Y 1,0 mg/ml.

Sécher environ 0,2 g d'oxyde d'yttrium à  $(110 \pm 5)$  °C pendant 60 min et refroidir dans un dessiccateur. En peser 0,127 0 g et transférer dans un bécher de 100 ml. Dissoudre en ajoutant progressivement 10 ml d'acide chlorhydrique (1 + 1), puis compléter à exactement 1 l avec de l'eau, dans une fiole jaugée.

Il est possible d'utiliser une solution étalon disponible dans le commerce.

#### 3.2.2.4 Solution étalon interne.

Transvaser 10 ml de la solution étalon d'yttrium ou de scandium dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau. Préparer cette solution juste avant l'emploi.

#### 3.2.2.5 Solution étalon mixte 2 de SiO<sub>2</sub> 0,1 mg/ml, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,10 mg/ml, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,02 mg/ml, TiO<sub>2</sub> 0,05 mg/ml, CaO 0,02 mg/ml, MgO 0,2 mg/l, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,03 mg/ml, HfO<sub>2</sub> 0,02 mg/ml.

Dans une fiole jaugée de 500 ml, transvaser 50 ml des deux solutions étalons suivantes: oxyde de silicium(IV) et oxyde d'aluminium, 10 ml des solutions étalons suivantes: oxyde de fer(III), oxyde de calcium, oxyde de magnésium et oxyde de hafnium, 15 ml de la solution étalon d'oxyde de chrome(III) et 25 ml de la solution étalon d'oxyde de titane(IV), puis compléter au volume avec de l'eau.

### 3.2.2.6 Solution matricielle 1, 1' ou 1''.

Suivre le mode opératoire indiqué en 9.2.2.3, en 9.2.3.3 ou en 9.2.4.3 de l'ISO 21079-1:2008 sans l'échantillon, mais omettre le chauffage du mélange ou du carbonate de sodium anhydre. La solution équivalant à la solution mère (S1), (S'1) ou (S''1) est désignée solution matricielle 1, 1' ou 1'', selon le cas.

### 3.2.2.7 Série 3 de solutions d'étalonnage.

Transvaser des parties aliquotes convenables de la solution étalon mixte 2 dans plusieurs fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 20 ml de la solution matricielle 1, de la solution matricielle 1' ou de la solution matricielle 1'' et 5 ml de la solution étalon interne, respectivement, puis compléter au volume avec de l'eau.

Le Tableau 3 illustre un exemple de préparation des solutions. Il convient de préparer une série appropriée de solutions d'étalonnage en fonction de la composition de l'échantillon, du type et des capacités de l'appareillage utilisé.

Tableau 3 — Exemple de série 3 de solutions d'étalonnage

Solution N°	Solution matricielle ml	Solution étalon interne ml	Solution étalon mixte 2 ml	Concentration de la solution mg/100 ml							
				SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	CaO	MgO	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	HfO <sub>2</sub>
1	20	5	0	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
2	20	5	2	0,20	0,20	0,04	0,10	0,04	0,04	0,06	0,04
3	20	5	5	0,50	0,50	0,10	0,25	0,10	0,10	0,15	0,10
4	20	5	10	1,00	1,00	0,20	0,50	0,20	0,20	0,30	0,20
5	20	5	15	1,50	1,50	0,30	0,75	0,30	0,30	0,45	0,30
6	20	5	20	2,00	2,00	0,40	1,00	0,40	0,40	0,60	0,40

### 3.2.3 Mode opératoire

Dans une fiole jaugée de 100 ml, transvaser une partie aliquote de 20 ml de la solution mère (S1), (S'1) ou (S''1) (voir l'Annexe A de l'ISO 21079-1:2008). Ajouter 5 ml de solution étalon interne et compléter au volume avec de l'eau. Cette solution est désignée solution mère (S1dScY), (S'1dScY) ou (S''1dScY).

Nébuliser une partie de la solution mère (S1dScY), (S'1dScY) ou (S''1dScY) dans le plasma d'argon du spectromètre ICP-AE et mesurer l'intensité d'émission de chacun des éléments et des éléments étalons internes, à la longueur d'onde appropriée.

Des exemples de longueur d'onde appropriées sont donnés dans le Tableau 4.