
**Analyse chimique des produits
réfractaires contenant du chrome et des
matières premières 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)**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594b14-3a04-4d01-9e8f-000000000000/iso-20565-3-2008>

Chemical analysis of chrome-bearing refractory products and chrome-bearing raw materials (alternative to the X-ray fluorescence method) —

Part 3: Flame atomic absorption spectrometry (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 20565-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0fab8c53079c/iso-20565-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0fab8c53079c/iso-20565-3-2008>



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	2
3 Méthodes instrumentales utilisant la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)	2
4 Méthodes instrumentales utilisant la spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS)	10
5 Rapport d'essai	14
Bibliographie	15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 20565-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0fab8c53079c/iso-20565-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0fab8c53079c/iso-20565-3-2008>

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 20565-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 187, *Produits et matériaux réfractaires*.

L'ISO 20565 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome (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 réfractaires contenant du chrome et des matières premières 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)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 20565 spécifie des méthodes pour l'analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS) et par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES).

Elle s'applique aux plages de détermination indiquées dans le Tableau 1.

L'ISO 20565 fournit des méthodes alternatives à la méthode par fluorescence de rayons X spécifiée dans l'ISO 12677.

Tableau 1 — Plages de détermination, en fraction massique exprimée en %

Constituant	Plage
SiO ₂	0,5 à 10
Al ₂ O ₃	2 à 30
Fe ₂ O ₃	0,5 à 25
TiO ₂	0,01 à 1
MnO	0,01 à 1
CaO	0,01 à 3
MgO	15 à 85
Na ₂ O	0,01 à 1
K ₂ O	0,01 à 1
Cr ₂ O ₃	2 à 60
ZrO ₂	0,01 à 0,5
P ₂ O ₅	0,01 à 5
LOI (perte au feu)	-0,5 à 5

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 20565-1:2008, *Analyse chimique des produits réfractaires contenant du chrome et des matières premières contenant du chrome (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 la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)

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

3.1.1 Principe

La silice résiduelle restant en solution dans les solutions (S1) est dosée par spectrométrie ICP-AES.

3.1.2 Réactifs

Utiliser les réactifs décrits dans l'ISO 20565-1:2008, Article 5, ainsi que les suivants.

3.1.2.1 Solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV), SiO₂ à 0,08 mg/ml.

Introduire 20 ml de solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (SiO₂ à 1 mg/ml) dans une fiole jaugée de 250 ml et diluer jusqu'au trait dans de l'eau.

3.1.2.2 Solution matricielle 2.

Suivre le mode opératoire décrit dans l'ISO 20565-1:2008, 9.2.2.3, sans l'échantillon, mais omettre le chauffage du mélange de fusion ou du carbonate de sodium anhydre. La solution équivalant à la solution (S1) est appelée solution matricielle 2.

3.1.2.3 Série 2 de solutions d'étalonnage.

Introduire avec précision des quantités convenables de parties aliquotes de la solution étalon diluée 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 2 (3.1.2.2) et diluer jusqu'au trait dans de l'eau.

Le Tableau 2 donne 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.

3.1.3 Mode opératoire

Doser l'oxyde de silicium(IV) restant dans la solution (S1) (voir l'ISO 20565-1) comme suit.

Introduire 10 ml de solution (S1) dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer jusqu'au trait dans de l'eau. Cette solution est appelée solution mère 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, par exemple.

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

Solution N°	Solution matricielle 2	Solution étalon diluée d'oxyde de silicium(IV)	Concentration dans la solution
	ml	ml	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

3.1.4 Essai à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en 3.1.3 pour la solution témoin (B1) (voir l'ISO 20565-1). 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

En utilisant la série 2 de solutions d'étalonnage (3.1.3.3), suivre le mode opératoire d'émission décrit en 3.1.3. Tracer une représentation graphique de l'intensité d'émission et de la masse d'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 partir de la quantité d'oxyde de silicium(IV) dérivée sur la base des chiffres obtenus en 3.1.3 et 3.1.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.1.5, à l'aide de l'Équation (1):

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

où

m est la masse, en grammes (g), de la prise d'essai (voir l'ISO 20565-1);

m_1 est la première masse, en grammes (g), de l'ISO 20565-1:2008, 9.2.2.3.3;

m_2 est la deuxième masse, en grammes (g), de l'ISO 20565-1:2008, 9.2.2.3.3;

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

m_b est la masse, en grammes (g), d'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 magnésium, de l'oxyde de chrome(III) et de l'oxyde de zirconium à l'aide des solutions (S1) ou (S'1) par ICP-AES

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), (voir l'ISO 20565-1). Il convient d'appliquer cette méthode aux constituants dans (S1) ou (S'1) conformément au Tableau 3.

Tableau 3 — Plages de détermination, en fraction massique exprimée en %

Constituant	Plage
SiO ₂	0,1 à 10
Al ₂ O ₃	0,05 à 10
Fe ₂ O ₃	0,01 à 10
TiO ₂	0,01 à 1
MnO	0,01 à 1
CaO	0,01 à 10
Cr ₂ O ₃	0,01 à 10
ZrO ₂	0,01 à 0,5

NOTE 1 Si la solution (S1) est utilisée, le SiO₂ est sous forme de silice résiduelle. Si la solution (S'1) est utilisée, 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 fraction massique d'oxyde de calcium supérieure à 10 %.

3.2.2 Réactifs

Utiliser les réactifs décrits dans l'ISO 20565-1:2008, Article 5, ainsi que les suivants.

3.2.2.1 Solution étalon mixte 3, 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 0,04 mg/ml, ZrO₂ à 0,005 mg/ml.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, introduire une partie aliquote de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (40 ml), de solutions 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 jusqu'au trait dans de l'eau.

3.2.2.2 Solution matricielle 3 ou 3'

Suivre le mode opératoire décrit dans l'ISO 20565-1:2008, 9.2.2.3 ou 9.2.3.3, 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 jusqu'au trait dans de l'eau. Préparer cette solution au fur et à mesure des besoins.

3.2.2.4 Série 3 de solutions d'étalonnage.

Introduire des quantités convenables de parties aliquotes de solution étalon mixte 3 dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Ajouter 20 ml de solution matricielle 3 ou de solution matricielle 3' et 5 ml de solution étalon interne, respectivement, et diluer jusqu'au trait dans de l'eau.

Le Tableau 4 donne 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. Pour utiliser cette méthode d'étalonnage, il est indispensable que les interférences de l'un quelconque de ces oxydes sur un autre soient vérifiées; si de telles interférences existent, il convient que des corrections appropriées soient appliquées.

Tableau 4 — Exemple de série 3 de solutions d'étalonnage

Solution N°	Solution matricielle 3 ml	Solution étalon interne ml	Solution étalon mixte 3 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	0,08	0,010
3	10	5	5	0,20	0,20	0,20	0,025	0,025	0,20	0,20	0,025
4	10	5	10	0,40	0,40	0,40	0,050	0,050	0,40	0,40	0,050
5	10	5	20	0,80	0,80	0,80	0,100	0,100	0,80	0,80	0,100
6	10	5	30	1,20	1,20	1,20	0,150	0,150	1,20	1,20	0,150
7	10	5	40	1,60	1,60	1,60	0,200	0,200	1,60	1,60	0,200
8	10	5	50	2,00	2,00	2,00	0,250	0,250	2,00	2,00	0,250

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) préparée en 9.2.2.3.4 ou 9.2.3.3 de l'ISO 20565-1. Ajouter 5 ml de solution étalon interne et diluer jusqu'au trait dans de l'eau. Cette solution est appelée solution (S1dScY) ou (S1'dScY).

Nébuliser une prise d'essai de la solution (S1dScY) ou (S1'dScY) dans le jet de plasma d'argon d'un spectromètre ICP-AE et mesurer l'intensité d'émission de chaque élément et des éléments de la solution étalon interne à la longueur d'onde 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

3.2.4 Essai à blanc

Introduire une partie aliquote de 10 ml de la solution témoin (B1) ou (B'1) (voir l'ISO 20565-1) et suivre la procédure décrite en 3.2.3. La solution correspondant à la solution (S1) ou (S'1) est appelée solution témoin (B1dScY) ou (B'1dScY).

3.2.5 Traçage de la courbe d'étalonnage

ISO 20565-3:2008

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0f6b8c53079c/iso-20565-3-2008)

[0f6b8c53079c/iso-20565-3-2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2594fb14-3a04-4d0f-9e8f-0f6b8c53079c/iso-20565-3-2008)

Utiliser la série 3 de solutions d'étalonnage. Suivre le mode opératoire décrit en 3.2.3 et tracer une représentation graphique de l'intensité d'émission et de 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, $w_{M_nO_m}$, de chaque constituant w_{SiO_2} , $w_{Al_2O_3}$, $w_{Fe_2O_3}$, w_{TiO_2} , w_{MnO} , w_{CaO} , $w_{Cr_2O_3}$ et w_{ZrO_2} , en pourcentage, à l'aide de l'Équation (2). Utiliser la masse de chaque constituant dérivée des mesures d'intensité d'émission obtenues en 3.2.3 et 3.2.4, et de l'étalonnage réalisé en 3.2.5.

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

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 (voir l'ISO 20565-1).

3.3 Dosage de l'oxyde de sodium et de l'oxyde de potassium à l'aide des solutions (S4) par spectrométrie ICP-AE

3.3.1 Principe

L'intensité d'émission du sodium et du potassium dans la solution (S4) (voir l'ISO 20565-1) est mesurée au spectromètre ICP-AE.

3.3.2 Réactifs

Utiliser les réactifs décrits dans l'ISO 20565-1:2008, Article 5, ainsi que les suivants.

3.3.2.1 Solution matricielle 4.

Introduire des quantités convenables de solutions d'oxyde de calcium et d'oxyde de magnésium, correspondant aux teneurs en oxyde de calcium et en oxyde de magnésium dans l'échantillon, et diluer à 250 ml dans de l'eau.

NOTE Les volumes d'apport de la solution matricielle ont des valeurs approximatives ± 5 ml. Par exemple, lorsque les teneurs en pourcentage d'oxyde de calcium et d'oxyde de magnésium sont respectivement égales à 24 % en masse et à 71 % en masse, les volumes d'apport des solutions d'oxyde de calcium et d'oxyde de magnésium sont respectivement égaux à 25 ml et à 75 ml.

3.3.2.2 Solution étalon mixte 4, Na₂O à 0,05 mg/ml, K₂O à 0,05 mg/ml.

Introduire 25 ml de solution étalon d'oxyde de sodium et de solution étalon d'oxyde de potassium dans une fiole jaugée de 500 ml et diluer jusqu'au trait dans de l'eau.

3.3.2.3 Série 4 de solutions d'étalonnage.

Introduire des parties aliquotes de la solution étalon mixte 4 dans une série de fioles jaugées de 100 ml. Dans chaque fiole, ajouter 20 ml de solution matricielle 4 et 5 ml d'acide chlorhydrique (1+1) (voir l'ISO 20565-1:2008, 5.1.17) et diluer jusqu'au trait dans de l'eau. Le Tableau 6 donne des exemples types de préparation.

Tableau 6 — Exemple de série 4 de solutions d'étalonnage

Solution N°	Solution matricielle 4 ml	Acide chlorhydrique (1+1) ml	Solution étalon mixte 4 ml	Concentration dans la solution mg/100 ml	
				Na ₂ O	K ₂ O
1	20	5	0	0	0
2	20	5	2	0,10	0,10
3	20	5	5	0,25	0,25
4	20	5	10	0,50	0,50
5	20	5	20	1,00	1,00
6	20	5	30	1,50	1,50
7	20	5	40	2,00	2,00