
**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**

(standards.iteh.ai)

*Chemical analysis of aluminosilicate refractory products (alternative to
the X-ray fluorescence method) —*

Part 1: Apparatus, reagents, dissolution and gravimetric silica
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007>



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 21587-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007>

© ISO 2007

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 Réactifs	2
4 Dissolution et silice gravimétrique	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21587-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007>

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 21587-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 21587 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *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*
- *Partie 2: Méthodes d'analyse chimique par voie humide*
- *Partie 3: Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) et spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES)*

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

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 21587 spécifie les réactifs, la dissolution et l'analyse de la silice gravimétrique pour les analyses chimiques des produits et matières premières réfractaires d'aluminosilicates.

La présente partie de l'ISO 21587 fournit une méthode alternative à la méthode par fluorescence de rayons X (FRX) donnée dans l'ISO 12677:2003, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons X — Méthode de la perle fondue*.

Elle s'applique en conjonction avec l'ISO 21587-2 et l'ISO 21587-3, qui donnent les procédures analytiques pour le dosage des éléments suivants:

- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007>
(standards.iteh.ai)
- l'oxyde de silicium(IV) (SiO₂)
 - l'oxyde d'aluminium (Al₂O₃)
 - l'oxyde de fer(III) (oxyde de fer total calculé en tant que Fe₂O₃)
 - l'oxyde de titane(IV) (TiO₂)
 - l'oxyde de manganèse(II) (MnO)
 - l'oxyde de calcium (CaO)
 - l'oxyde de magnésium (MgO)
 - l'oxyde de sodium (Na₂O)
 - l'oxyde de potassium (K₂O)
 - l'oxyde de chrome (Cr₂O₃)
 - l'oxyde de zirconium (ZrO₂)
 - l'oxyde de phosphore(V) (P₂O₅)

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 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 spectroscopie 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 AAS et par ICP*

3 Réactifs

Utiliser les solutions étalons spécifiées dans l'ISO 26845 ainsi que les réactifs suivants.

3.1 Solutions étalons volumétriques

3.1.1 Solution étalon volumétrique de CyDTA, $c(\text{CyDTA}) = 0,05 \text{ mol/l}$

Dissoudre 18 g d'acide cyclohexanediamine-1,2-N,N,N',N'-tétraacétique monohydraté (CyDTA) dans 500 ml d'eau par addition progressive de la quantité minimum de solution d'hydroxyde de potassium.

NOTE Environ 25 ml sont requis. Déterminer la teneur exacte de cette solution par titrage avec une solution étalon volumétrique de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,05 \text{ mol/l}$.

3.1.2 Solution étalon volumétrique de CyDTA, $c(\text{CyDTA}) = 0,02 \text{ mol/l}$

Ajouter 16 ml d'une solution hydroxyde de sodium (100 g/l) et environ 150 ml d'eau à 7,30 g d'acide cyclohexanediamine-1,2-N,N,N',N'-tétraacétique monohydraté (CyDTA) et dissoudre en chauffant. Après refroidissement, diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

NOTE Environ 25 ml sont requis. Déterminer la teneur exacte de cette solution par titrage avec une solution étalon volumétrique de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,02 \text{ mol/l}$.

3.1.3 Solution étalon volumétrique d'EDTA, $c(\text{EDTA}) = 0,0125 \text{ mol/l}$

Dissoudre 5 g d'EDTANa₂ (sel disodique d'acide éthylènediamine-tétraacétique, dihydraté) dans l'eau et diluer dans une fiole jaugée à 1 000 ml. Stocker dans un bidon en plastique.

Normaliser par rapport au calcium comme suit.

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution étalon d'oxyde de calcium (1 mg/ml), dans une fiole Erlenmeyer de 500 ml, ajouter 10 ml de la solution d'hydroxyde de potassium, et les diluer à environ 200 ml. Ajoutez environ 0,015 g de l'indicateur de calcéine et titrer avec la solution étalon volumétrique d'EDTA, en suivant le passage de la coloration verte fluorescente à rose.

Normaliser par rapport au magnésium comme suit.

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution étalon d'oxyde de magnésium (1 mg/ml), dans une fiole conique de 500 ml, ajouter 20 gouttes d'acide hydrochlorique (concentré) et 20 ml de solution d'ammoniaque (concentré) et les diluer à environ 200 ml. Ajouter environ 0,04 g de l'indicateur de bleu de méthylène et titrer avec la solution étalon volumétrique d'EDTA.

3.1.4 Solution étalon volumétrique de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,05 \text{ mol/l}$

Nettoyer la surface d'environ 5 g de granules de zinc métallique dans environ 50 ml d'acide chlorhydrique (1+1) pour éliminer l'oxyde, laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique. Peser 3,269 g de granules secs, dissoudre dans 10 ml d'acide chlorhydrique (concentré) et 50 ml d'eau, refroidir et diluer jusqu'au trait dans une fiole jaugée à 1 000 ml. 1 ml de cette solution de zinc (0,05 mol/l) est équivalent à 2,55 mg de Al_2O_3 .

3.1.5 Solution étalon volumétrique de zinc, $c(\text{Zn}) = 0,02 \text{ mol/l}$

Nettoyer la surface du zinc (pure à plus de 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+3) et dissoudre la couche oxydée. Laver ensuite successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,66 g (enregistré à 0,1 mg près) de zinc, transvaser dans un bécher de 300 ml, et couvrir avec un verre de montre. Ajouter 20 ml d'eau et 10 ml d'acide nitrique avec précaution et chauffer au bain-marie jusqu'à dissolution. Après refroidissement, diluer dans une fiole jaugée à 1 000 ml avec de l'eau.

Calculer le coefficient de la solution de zinc à 0,02 mol/l à l'aide de l'équation suivante:

$$F = \frac{m}{0,6539} \times \frac{A}{100} \quad (1)$$

où

F est le coefficient de la solution de zinc;

m est la masse, en grammes, du zinc pesé;

A est la pureté du zinc, exprimée en pourcentage de la masse.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21587-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9018ae18-1b02-4d75-b559-8f99a7f87a58/iso-21587-1-2007)

3.2 Solutions étalons**3.2.1 Solution étalon d'oxyde d'aluminium, Al_2O_3 1 mg/ml**

Nettoyer la surface d'une quantité suffisante de métal d'aluminium (pure à plus de 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+4) pour dissoudre la couche oxydée. Laver ensuite successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,529 2 g d'aluminium et transvaser dans un bécher de 250 ml. Couvrir d'un verre de montre, ajouter 20 ml l'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer pour dissoudre. Après refroidissement, diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.2.2 Solution étalon d'oxyde de calcium, CaO 1 mg/ml

Dissoudre 1,785 g de carbonate de calcium pur, séché précédemment à 150 °C, dans un léger excès d'acide chlorhydrique dilué (1+4) dans un bécher de 250 ml, couvrir avec un verre de montre. Bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone, refroidir et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.2.3 Solution étalon d'oxyde de chrome(III), Cr_2O_3 1 mg/ml

Sécher environ 2 g à 3 g de dichromate de potassium à 110 °C, au moins pendant 2 h. Peser 1,935 g de ceci et dissoudre avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.2.4 Solution étalon d'oxyde de chrome(III) dilué, Cr_2O_3 0,025 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 25 ml de la solution étalon d'oxyde de chrome (1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.5 Solution étalon d'oxyde de fer(III), Fe₂O₃ 1 mg/ml

Nettoyer la surface d'une quantité suffisante de métal de fer (pure à plus de 99,9% en masse) à l'acide chlorhydrique (1+4). Puis dissoudre la couche oxydée, laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique. Puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,699 4 g de ceci, transvaser dans un bécher (200 ml), et couvrir d'un verre de montre, ajouter 40 ml d'acide chlorhydrique (1+1), et chauffer au bain-marie jusqu'à dissolution. Après refroidissement, diluer avec de l'eau à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.2.6 Solution étalon d'oxyde de fer(III) dilué, Fe₂O₃ 0,2 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'oxyde de fer(III) (Fe₂O₃ 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.7 Solution étalon d'oxyde de fer(III) diluée, Fe₂O₃ 0,04 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 4 ml de la solution étalon d'oxyde de fer(III) (Fe₂O₃ 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.8 Solution étalon d'oxyde de magnésium, MgO 1 mg/ml

Nettoyer la surface d'une quantité suffisante de métal de magnésium (pure à plus de 99,9 % en masse) à l'acide chlorhydrique (1+1) pour dissoudre la couche oxydée. Puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,301 5 g de magnésium nettoyé, le transvaser dans un bécher de 200 ml et couvrir d'un verre de montre. Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1), et chauffer au bain-marie jusqu'à dissolution. Après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée à 500 ml, et diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

3.2.9 Solution étalon d'oxyde de manganèse(II), MnO 1 mg/ml

Nettoyer la surface d'une masse suffisante de métal de manganèse (pure à plus de 99,9% en masse) à l'acide chlorhydrique (1+3) pour dissoudre la couche oxydée. Puis laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique et sécher dans un dessiccateur. Peser 0,774 5 g de ce métal, le transvaser dans un bécher de 200 ml et couvrir avec un verre de montre. Ajouter 40 ml d'acide nitrique (1+1) et chauffer pour dissoudre, après refroidissement, transvaser dans une fiole jaugée à 1 000 ml.

3.2.10 Solution étalon d'oxyde de manganèse(II) dilué, MnO 0,04 mg/ml

Transvaser 40 ml de la solution étalon d'oxyde de manganèse(II) (MnO 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et la diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.11 Solution étalon d'oxyde de phosphore(V), P₂O₅ 1 mg/ml

Chauffer environ 3 g de phosphate de dihydrogène de potassium à 110°C ± 5 °C pendant 3 h, et mettre à refroidir dans un dessiccateur. Peser 1,917 6 g, transvaser dans un bécher et dissoudre avec approximativement 300 ml d'eau. Diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée avec de l'eau.

3.2.12 Solution étalon d'oxyde phosphore(V) dilué, P₂O₅ 0,04 mg/ml

Transvaser avec précision 40 ml de solution étalon d'oxyde de phosphore(V) (P₂O₅ 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

3.2.13 Solution étalon d'oxyde de phosphore(V) dilué, P₂O₅ 0,01 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon d'oxyde de phosphore(V) (P₂O₅ 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.14 Solution étalon d'oxyde de potassium, K_2O 1 mg/ml

Transvaser de 1 g à 1,5 g de chlorure de potassium dans un creuset en platine (par exemple 30 ml) et mettre au feu à $600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ environ 60 min. Mettre le creuset et son contenu à refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,791 4 g de ceci et transvaser dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée à 500 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

3.2.15 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV), SiO_2 1 mg/ml

Peser de 1,5 à 2 g d'oxyde de silicium(IV) (pure à plus de 99,9 % en masse) dans un creuset en platine (par exemple 30 ml) et chauffer pendant 30 min à $1\ 150\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$. Refroidir dans un dessiccateur puis peser 1,000 g de cet oxyde de silicium(IV) dans un creuset en platine (par exemple 50 ml). Faire fondre l'oxyde de silicium(IV) avec 5,0 g de carbonate de sodium anhydre. Refroidir et essuyer l'extérieur du creuset et dissoudre dans l'eau chaude (150 ml) dans un bécher de 200 ml en plastique en agitant à l'aide d'une tige en plastique. Refroidir et diluer sans chauffer à 1 000 ml dans une fiole jaugée. Transvaser immédiatement cette solution dans un bidon en plastique.

3.2.16 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV) dilué, SiO_2 0,2 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 40 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium(IV) (SiO_2 1 mg/ml) à 200 ml dans une fiole jaugée et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.17 Solution étalon d'oxyde de silicium(IV) dilué, SiO_2 0,04 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'oxyde de silicium (SiO_2 1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 500 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.18 Solution étalon d'oxyde de sodium, Na_2O 1 mg/ml

Transvaser de 1 g à 1,5 g de chlorure de sodium dans un creuset en platine (par exemple 30 ml) et chauffer à $600\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant environ 60 min. Mettre le creuset et son contenu à refroidir dans un dessiccateur. Peser 0,942 9 g de ceci et transvaser dans un bécher de 200 ml. Dissoudre dans 100 ml d'eau, transvaser dans une fiole jaugée à 500 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

3.2.19 Solution étalon d'oxyde de titane(IV), TiO_2 1 mg/ml

Nettoyer la surface d'une quantité suffisante de métal de titane (pure à plus de 99,9 % en masse) avec de l'acide chlorhydrique (1+3) et dissoudre la couche oxydée. Laver successivement à l'eau, à l'éthanol et à l'éther diéthylique, puis sécher dans un dessiccateur. Peser 0,599 4 g de ce métal de titane et transvaser dans une coupelle en platine. Couvrir avec un verre de montre en résine d'éthylène 4-fluorure, puis ajouter 40 ml d'acide fluorhydrique, 15 ml d'acide sulfurique (1+1) et 2 ml d'acide nitrique, chauffer pour dissoudre au bain-marie. Retirer le verre de montre, le rincer avec de l'eau et chauffer la solution sur un bain de sable jusqu'à l'apparition de fortes vapeurs d'acide sulfurique. Après refroidissement, rincer les parois internes de la coupelle en platine avec une petite quantité d'eau, et chauffer à nouveau jusqu'à ce que les vapeurs apparaissent. Après refroidissement, ajouter l'eau et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

3.2.20 Solution étalon d'oxyde de titane(IV) dilué, TiO_2 0,1 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'oxyde de titane (1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 200 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.

3.2.21 Solution étalon d'oxyde de titane(IV) dilué, TiO_2 0,01 mg/ml

Introduisez, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon d'oxyde de titane (1 mg/ml) dans une fiole jaugée à 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait. Préparer cette solution juste avant son utilisation.