
**Essais des matières premières pour
produits réfractaires — Dosage du
soufre dans les matières premières
non oxydantes sous forme de poudre
et de granulés —**

Partie 1:
Méthodes d'essai par infrarouge
(standards.iteh.ai)

*Testing of ceramic raw and basic materials — Determination of sulfur in
powders and granules of non-oxidic ceramic raw and basic materials —*

<https://standards.iteh.org/catalog/standards/sist/6069a958-335e-4325-9a4e-5ec5110d0a91/iso-14720-1-2013>
Part 1: Infrared measurement methods



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14720-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6069a958-335e-4325-9a4e-5ec5110d0a91/iso-14720-1-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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 Principe	1
3 Appareillage	1
4 Réactifs	2
5 Échantillonnage et préparation des échantillons	2
6 Étalonnage	2
7 Performance	2
7.1 Préparation de l'analyse.....	2
7.2 Détermination de la valeur à blanc.....	3
7.3 Dosage du soufre.....	3
8 Calcul et expression des résultats	3
9 Fidélité	3
9.1 Répétabilité.....	3
9.2 Reproductibilité.....	3
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	5
Annexe B (informative) Informations concernant la validation de l'incertitude de mesure de la valeur moyenne	7
Annexe C (informative) Matériaux de référence certifiés commerciaux (MRC)	8
Bibliographie	9

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 14720-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 33, *Matériaux réfractaires*.

L'ISO 14720 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Essais des matières premières pour produits réfractaires — Dosage du soufre dans les matières premières non oxydantes sous forme de poudre et de granulés*:

- *Partie 1: Méthodes d'essai par infrarouge*
- *Partie 2: Spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP/OES) ou chromatographie ionique après combustion dans un courant d'oxygène*

Essais des matières premières pour produits réfractaires — Dosage du soufre dans les matières premières non oxydantes sous forme de poudre et de granulés —

Partie 1: Méthodes d'essai par infrarouge

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14720 définit une méthode de dosage du soufre dans les matières premières pour produits réfractaires non oxydantes, sous forme de poudre et de granulés, et dans les matériaux tels que le carbure de silicium, le nitrure de silicium, le graphite, le noir de carbone, le coke et la poudre de carbone. Si le taux de récupération le permet, cette méthode peut également être appliquée à d'autres matériaux en poudre et granulaires non métalliques, tels que la silice.

La présente partie de l'ISO 14720 s'applique aux matériaux ayant une fraction massique en soufre de 0,005 % à 2 %.

La présente partie de l'ISO 14720 peut également s'appliquer aux matériaux présentant des teneurs massiques en soufre plus élevées, après vérification au cas par cas.

2 Principe

L'échantillon et les accélérateurs de combustion ajoutés (la plupart du temps des granulés de tungstène ou de fer) sont chauffés dans un four à induction sous atmosphère d'oxygène. Le champ haute fréquence du four excite les éléments conducteurs de l'échantillon et les accélérateurs de combustion. L'échantillon est ainsi chauffé à des températures supérieures à 1 800 °C et la teneur en soufre total de l'échantillon est libérée sous forme de dioxyde de soufre. Le gaz de réaction passe dans la cellule d'absorption infrarouge de l'analyseur. L'absorption moléculaire du dioxyde de soufre est mesurée au moyen d'un filtre optique à bande étroite translucide à la longueur d'onde correspondant à l'absorption infrarouge caractéristique du dioxyde de soufre. La fraction massique du dioxyde de soufre dans le gaz de réaction est proportionnelle à la hauteur de pic et à l'aire de pic, respectivement, du signal d'absorption transitoire. La fraction massique de soufre dans l'échantillon est calculée au moyen d'une fonction d'étalonnage établie avec des étalons appropriés mesurés dans des conditions comparables.

3 Appareillage

3.1 Dispositif avec four à induction ou four à résistance et cellule infrarouge.

NOTE L'exactitude du résultat d'analyse peut être démontrée en utilisant des matériaux de référence ayant une matrice analogue ou par comparaison avec une autre méthode d'essai indépendante. En cas de détermination de fractions massiques inférieures à 100 mg/kg, certains dispositifs peuvent fournir des résultats erronés.

3.2 Balance analytique, d'une précision de 0,01 mg.

3.3 Creuset en céramique, par exemple en mullite ou en alumine.

3.4 Couvercle de creuset percé d'un trou, par exemple en mullite ou en alumine.

4 Réactifs

4.1 Généralités

Des réactifs de qualité analytique reconnue doivent être utilisés, à condition de s'assurer au préalable que le réactif est d'une pureté suffisante pour permettre son utilisation sans réduire la précision du dosage.

4.2 Granulés de tungstène

NOTE En fonction du matériau, la décomposition de l'échantillon dans le four peut être améliorée en remplaçant en partie les granulés de tungstène par des granulés d'étain. Des mélanges de tungstène et d'étain sont disponibles dans le commerce.

4.3 Granulés de fer

4.4 **Étalons**, de préférence des matériaux de référence certifiés présentant une composition et une teneur en soufre similaires à celles du matériau analysé.

NOTE Voir l'[Annexe C](#). Des substances primaires, de préférence des sulfates, conviennent également.

4.5 **Oxygène**, de pureté $\geq 99,998$ % V/V.

5 Échantillonnage et préparation des échantillons

L'échantillonnage doit être réalisé de manière que l'échantillon à analyser soit représentatif de la quantité totale de matériau, par exemple conformément à l'ISO 8656-1.

Dans le cas d'un état de séchage inconnu, l'échantillon doit être séché à (110 ± 5) °C jusqu'à masse constante. L'échantillon doit être refroidi à température ambiante dans un dessiccateur puis y être conservé.

Le matériau de l'échantillon doit avoir une granulométrie ≤ 160 µm. Si nécessaire, il doit être broyé et homogénéisé.

6 Étalonnage

L'étalonnage doit être réalisé conformément au manuel du fabricant. Il faut s'assurer que la masse de soufre dans l'échantillon d'étalonnage et dans l'échantillon d'essai sont du même ordre de grandeur.

NOTE Cela est possible en choisissant une substance d'étalonnage (4.4) appropriée et des masses adaptées.

Pour une fraction massique inférieure à 100 mg/kg, l'exactitude du résultat doit être vérifiée en utilisant un matériau de référence approprié, de préférence un matériau de référence certifié.

L'étalonnage doit être réalisé conformément au mode opératoire décrit en 7.3.

7 Performance

7.1 Préparation de l'analyse

Tarer les creusets en céramique (3.3) et leurs couvercles (3.4) par chauffage à 1 200 °C pendant 1 h avant l'analyse, de préférence dans un four à moufle. La teneur en soufre des granulés de fer (4.3) doit être déterminée lot par lot. Si la teneur en soufre des granulés de fer est trop élevée et non reproductible par rapport à celle escomptée dans l'échantillon, le tarage doit être effectué selon le mode opératoire suivant: peser 1 g de granulés de fer dans chaque creuset en céramique utilisé pour l'analyse. Couvrir avec le couvercle et faire fondre les granulés de fer sous atmosphère d'oxygène dans le four à induction

du dispositif d'analyse. Si la teneur en soufre de l'échantillon est inférieure à 100 mg/kg, les granulés de fer peuvent être purifiés par chauffage sous atmosphère d'hydrogène à environ 800 °C pendant 1 h.

7.2 Détermination de la valeur à blanc

Suivre le mode opératoire décrit en [7.3](#) mais sans l'échantillon.

7.3 Dosage du soufre

En fonction de la teneur en soufre escomptée, un sous-échantillon de 20 mg à 200 mg est pesé à 0,01 mg près dans les creusets préparés conformément à [7.1](#).

Le sous-échantillon est recouvert d'environ 1 g et 2 g de granulés de fer et de tungstène ([4.3](#) et [4.2](#)), respectivement. Si le creuset contient déjà du fer pré-purifié (voir [7.1](#)), il est inutile d'ajouter du fer. Pour mélanger, secouer le creuset avec précaution. Ensuite, fermer le creuset avec son couvercle, le placer dans le dispositif d'analyse et démarrer le cycle de combustion.

Analyser chaque échantillon au moins deux fois. Si les valeurs individuelles de ce double essai s'écartent de plus d'un certain degré, en fonction de la répétabilité de la méthode, alors renouveler l'analyse conformément au présent Article. Si nécessaire, homogénéiser l'échantillon conformément à l'[Article 5](#).

8 Calcul et expression des résultats

La teneur en soufre de l'échantillon doit être calculée en tenant compte de la masse de l'échantillon et des valeurs à blanc. La teneur en soufre doit être exprimée en fraction massique sous forme de moyenne des valeurs individuelles corrigées obtenues au cours des différentes déterminations et elle doit être arrondie selon l'incertitude de mesure ([Annexe B](#)).

NOTE La plupart des analyseurs récents calculent automatiquement la fraction massique de soufre de chaque mesurage après insertion des valeurs à blanc et des masses d'échantillons.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, déterminés rapidement l'un à la suite de l'autre, par le même analyste, avec le même matériau d'échantillon, selon le même mode opératoire d'analyse et avec le même équipement dans le même laboratoire, ne dépassera pas dans plus de 5 % des cas la limite de répétabilité r .

NOTE La limite de répétabilité r dépend du type de matériau examiné et de la masse de soufre déterminée.

L'[Annexe A](#) fournit les données de fidélité obtenues dans le cadre d'un essai interlaboratoires.

9.2 Reproductibilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels, déterminés par des analystes différents, avec le même matériau d'échantillon, selon le même mode opératoire d'analyse et avec des équipements différents dans des laboratoires différents, ne dépassera pas dans plus de 5 % des cas la limite de reproductibilité R .

La limite de reproductibilité R dépend du type de matériau examiné et de la masse de soufre déterminée.

L'[Annexe A](#) fournit les données de fidélité obtenues dans le cadre d'un essai interlaboratoires.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit inclure les informations suivantes:

- a) l'identification de l'échantillon;
- b) une référence à la présente partie de l'ISO 14720;
- c) les résultats d'essai relatifs à la teneur en soufre, exprimés sous forme de moyenne des valeurs individuelles obtenues au cours des différentes déterminations;
- d) si nécessaire, l'incertitude de la moyenne (voir l'[Annexe B](#)) ou l'écart-type;
- e) si nécessaire, des informations sur l'étalonnage;
- f) tout écart par rapport au mode opératoire d'essai des échantillons décrit dans la présente partie de l'ISO 14720;
- g) le nom et l'adresse du laboratoire, la date de l'analyse et, si nécessaire, la signature de la personne responsable.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14720-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6069a958-335e-4325-9a4e-5ec5110d0a91/iso-14720-1-2013>

Annexe A (informative)

Résultats de l'essai interlaboratoires

L'essai interlaboratoires a été réalisé avec un échantillon de noir de carbone (voir [Tableaux A.1](#) et [A.2](#)) et de carbure de silicium (Voir [Tableau A.3](#) et [A.4](#)). La teneur en soufre de l'échantillon de noir de carbone était proche de la limite inférieure du domaine d'application (voir l'[Article 1](#)), ce qui conduit à une moins bonne qualité des données de fidélité pouvant être obtenues (voir le [Tableau A.1](#) et [A.2](#)). La granulométrie maximale de tous les échantillons était inférieure à 100 µm. L'évaluation des résultats a été effectuée conformément à l'ISO 5725-2[2].

Tableau A.1 — Données de fidélité déterminées à partir de l'échantillon de noir de carbone

Description	Données de fidélité
Nombre de participants	5
Nombre de valeurs individuelles acceptées pour tous les laboratoires	28
Nombre de valeurs aberrantes	0
Valeur moyenne $\bar{w}(S)$, en mg/kg	67,0
Répétabilité (écart-type), s_r , en mg/kg	9,6
Limite de répétabilité, r : $r = 2,8 \times s_r$, en mg/kg	26,9
Coefficient de variation de répétabilité, $C_{V,r}$: $C_{V,r} = (s_r / \bar{w}(S)) \times 100$, en %	14,4
Reproductibilité (écart-type), s_R , en mg/kg	10,4
Limite de reproductibilité, R : $R = 2,8 \times s_R$, en mg/kg	29,2
Coefficient de variation de reproductibilité, $C_{V,R}$: $C_{V,R} = (s_R / \bar{w}(S)) \times 100$, en %	15,6

Tableau A.2 — Valeurs individuelles déterminées à partir de l'échantillon de noir de carbone

N°	Fraction massique de soufre de l'échantillon de noir de carbone mg/kg				
	Laboratoire 1	Laboratoire 2	Laboratoire 3	Laboratoire 4	Laboratoire 5
1	62,0	84,0	72,6	74,0	58,0
2	67,0	54,4	71,3	66,0	57,0
3	61,0	65,6	76,3	68,0	73,0
4	61,0	54,4	75,6	51,0	58,0
5	75,0	85,6	81,3	–	65,0
6	65,0	45,5	83,0	–	66,0
$\bar{w}(S)$	65,2	64,0	76,7	64,8	62,8
s	5,4	16,7	4,7	9,8	6,3
s_{rel}	8,3	25,7	6,1	15,1	10,0