

~~2023-02-06~~

ISO 17947:2014(F)

Date: 2014-09-~~01~~

ISO TC 206

Secrétariat: JISC

**Céramiques techniques — Méthodes pour l'analyse chimique de poudres fines de nitrure de silicium**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods for chemical analysis of fine silicon nitride powders*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ICS 81.060.30

ISO 17947:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de225f6a-6640-47dd-890e-6ef04fba7f01/iso-17947-2014>

<b>Style Definition:</b> Heading 1: Indent: Left: 0 pt, First line: 0 pt
<b>Style Definition:</b> Heading 2: Font: Bold, Tab stops: Not at 18 pt
<b>Style Definition:</b> Heading 3: Font: Bold
<b>Style Definition:</b> Heading 4: Font: Bold
<b>Style Definition:</b> Heading 5: Font: Bold
<b>Style Definition:</b> Heading 6: Font: Bold
<b>Style Definition:</b> ANNEX
<b>Style Definition:</b> RefNorm
<b>Style Definition:</b> Table title: Don't keep with next
<b>Style Definition:</b> Body Text_Center
<b>Style Definition:</b> Dimension_100
<b>Style Definition:</b> Figure Graphic
<b>Style Definition:</b> Figure subtitle
<b>Style Definition:</b> List Continue 1
<b>Style Definition:</b> List Number 1
<b>Style Definition:</b> Table header (-): Don't keep with next
<b>Style Definition:</b> AMEND Terms Heading: Font: Bold
<b>Style Definition:</b> AMEND Heading 1 Unnumbered: Font: Bold

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014, Publié en Suisse

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

Ch. de Blandonnet 8 • CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

[www.iso.org](http://www.iso.org)

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: English (United States)

Field Code Changed

Formatted: English (United States)

Formatted: English (United States)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 17947:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de225f6a-6640-47dd-890e-6ef04fba7f01/iso-17947-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de225f6a-6640-47dd-890e-6ef04fba7f01/iso-17947-2014>

<b>Sommaire</b>	<b>Page</b>
Avant-propos .....	5
Introduction .....	6
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Analytes et plages de concentration</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Préparation de l'échantillon pour essai</b> .....	<b>2</b>
4.1    Échantillonnage .....	2
4.2    Séchage .....	3
4.3    Pesée.....	3
<b>5</b> <b>Appareillage et réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Essai à blanc</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Détermination de la teneur en silicium total</b> .....	<b>3</b>
7.1    Classification des méthodes de détermination.....	3
7.2    Fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et ICP-OES.....	3
7.3    Méthode par fluorescence de rayons X (XRF) en utilisant la méthode de la perle fondue .....	6
<b>8</b> <b>Détermination de la teneur en azote total</b> .....	<b>6</b>
8.1    Classification des méthodes de détermination.....	6
8.2    Méthode par décomposition en milieu acide sous pression – séparation par distillation – titrage acidimétrique .....	6
8.3    Méthode par fusion sous gaz inerte – conductivité thermique .....	12
8.4    Méthode par fusion – séparation de l'ammoniac – titrage acidimétrique.....	15
<b>9</b> <b>Détermination des teneurs en aluminium, en fer et en calcium</b> .....	<b>16</b>
9.1    Principe .....	16
9.2    Réactifs .....	16
9.3    Appareillage et instruments .....	16
9.4    Mode opératoire .....	17
9.5    Essai à blanc .....	17
9.6    Tracé de la courbe d'étalonnage.....	17
9.7    Calculs .....	17
<b>10</b> <b>Détermination de la teneur en oxygène</b> .....	<b>18</b>
10.1    Principe .....	18
10.2    Réactifs .....	18
10.3    Appareillage.....	18
10.4    Instrument.....	18
10.5    Mode opératoire .....	18
10.6    Essai à blanc .....	19
10.7    Calcul du coefficient d'étalonnage .....	19
10.8    Calculs .....	19
<b>11</b> <b>Détermination de la teneur en carbone</b> .....	<b>20</b>
11.1    Classification des méthodes de détermination.....	20
11.2    Spectrométrie d'absorption infrarouge (IR) après combustion (four à chauffage par radiofréquence) .....	20
11.3    Coulométrie après combustion (four à résistance).....	23
11.4    Gravimétrie après combustion (four à résistance) .....	23

ISO 17947:2014(F)

11.5	Conductométrie après combustion (four à résistance) .....	23
12	Détermination des teneurs en fluor et en chlore .....	23
12.1	Principe.....	23
12.2	Réactifs.....	23
12.3	Appareillage et instruments .....	24
12.4	Mode opératoire .....	24
12.5	Essai à blanc .....	25
12.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	25
12.7	Calculs .....	25
13	Consignation des valeurs analytiques.....	26
13.1	Nombre d'analyses .....	26
13.2	Évaluation des valeurs analytiques .....	26
13.3	Expression des valeurs analytiques .....	26
14	Rapport d'essai.....	27
Annexe A (informative)	Liste des matériaux de référence certifiés disponibles dans le commerce.....	28
Annexe B (informative)	Résultats d'analyse obtenus lors d'un essai interlaboratoires .....	29
Annexe C (informative)	Raies spectrales pour l'ICP-OES.....	34
Bibliographie	.....	35

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17947:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de225f6a-6640-47dd-890e-6ef04fba7f01/iso-17947-2014>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/fr/foreword-supplementary-information.htm](http://www.iso.org/fr/foreword-supplementary-information.htm) [www.iso.org/avant-propos](http://www.iso.org/avant-propos).

Le comité en charge du présent document est l'ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Formatted: Adjust space between Latin and Asian text, Adjust space between Asian text and numbers

Formatted: French (Switzerland)

ISO 17947:2014(F)

## Introduction

La présente Norme internationale a été élaborée à partir de la norme industrielle japonaise JIS R 1603:2007, et en se référant à la CEN ENV 14226:2002 ainsi qu'à l'ASTM C1494-01:2007; elle s'applique à l'analyse chimique des poudres brutes de nitrure de silicium utilisées dans les céramiques techniques. La présente Norme internationale traite des constituants majeurs comme des constituants mineurs, tels que le silicium total, l'azote total et certains éléments traces métalliques et non métalliques

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 17947:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/de225f6a-6640-47dd-890e-6ef04fba7f01/iso-17947-2014>

## Céramiques techniques — Méthodes pour l'analyse chimique de poudres fines de nitrure de silicium

### 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'analyse chimique des poudres fines de nitrure de silicium utilisées comme matière première pour les céramiques techniques.

La présente Norme internationale décrit les méthodes de détermination des teneurs en silicium total, azote total, aluminium, fer, calcium, oxygène, carbone, fluor et chlore dans les poudres fines de nitrure de silicium.

### 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 2828, Oxyde d'aluminium principalement utilisé pour la production de l'aluminium — Dosage du fluor — Méthode spectrophotométrique au complexe d'alizarine et chlorure de lanthane~~

~~ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai~~

~~ISO 6353-1, Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai~~

~~ISO 6353-2, Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série~~

~~ISO 6353-3, Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série~~

~~ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai~~

[ISO 6353-1, Réactifs pour analyse chimique — Partie 1: Méthodes générales d'essai](#)

[ISO 6353-2, Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série](#)

[ISO 6353-3, Réactifs pour analyse chimique — Partie 3: Spécifications — Deuxième série](#)

~~ISO 8656-1, Produits réfractaires — Échantillonnage des matières premières et des matériaux non façonnés préparés — Partie 1: Schéma d'échantillonnage~~

~~ISO 21068-2, 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 17947:2014(F)

<std>ISO 21068-3, 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</std>

<std>ISO 21438-2, Air des lieux de travail — Détermination des acides inorganiques par chromatographie ionique — Partie 2: Acides volatils, sauf acide fluorhydrique (acide chlorhydrique, acide bromhydrique et acide nitrique)</std>

<std>ISO 21438-3, Air des lieux de travail — Détermination des acides inorganiques par chromatographie ionique — Partie 3: Acide fluorhydrique et fluorures particuliers</std>

<std>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)</std>

<std>EN 12698-1, Analyse chimique des produits réfractaires contenant du carbure de silicium lié au nitrure — Partie 1: Méthodes chimiques</std>

<std>EN 12698-2, Analyse chimique des produits réfractaires contenant du carbure de silicium lié au nitrure — Partie 2: Méthodes de DRX</std>

### 3 Analytes et plages de concentration

Les analytes et les plages de concentration spécifiés dans la présente Norme internationale doivent être les suivants:

- a) silicium total (T. Si), plage de 30 % à 70 % (fraction massique);
- b) azote total (T. N), plage de 30 % à 45 % (fraction massique);
- c) aluminium (Al), plage de 0,001 % à 0,6 % (fraction massique);
- d) fer (Fe), plage de 0,001 % à 0,6 % (fraction massique);
- e) calcium (Ca), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique);
- f) oxygène (O), plage de 0,05 % à 5 % (fraction massique);
- g) carbone (C), plage de 0,01 % à 6 % (fraction massique);
- h) fluor (F), plage de 0,001 % à 0,2 % (fraction massique);
- i) chlore (Cl), plage de 0,001 % à 0,2 % (fraction massique).

### 4 Préparation de l'échantillon pour essai

La méthode de préparation des échantillons doit être conforme à l'ISO 8656-1, sauf accord différent conclu entre l'analyseur et le client.

#### 4.1 Échantillonnage

Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 8656-1.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear



## 4.2 Séchage

Prélever 10 g environ de l'échantillon, l'introduire dans un vase à peser de type à fond plat (60 mm × 30 mm) et l'étaler de manière uniforme sur le fond du vase. Placer le vase, sans couvercle, dans un bain d'air à  $(110 \pm 5)$  °C pendant 2 h. Couvrir ensuite et laisser refroidir dans un dessiccateur (agent déshydratant: perchlorate de magnésium) pendant 1 h.

## 4.3 Pesée

Peser la quantité d'échantillon requise, à 0,1 mg près, à l'aide d'une balance.

## 5 Appareillage et réactifs

Pour chaque méthode de détermination, sauf spécification contraire, utiliser l'appareillage courant de laboratoire pour analyses chimiques énuméré à l'Article 4 de l'ISO 26845, selon les besoins. Il convient que les réactifs soient conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, de l'ISO 6353-2 et de l'ISO 6353-3, selon le cas. Pour chaque méthode de détermination, sauf spécification contraire, utiliser les réactifs de qualité analytique correspondants énumérés à l'Article 5 de l'ISO 26845, selon les besoins.

## 6 Essai à blanc

Un essai à blanc doit être effectué en utilisant des quantités de réactifs, des conditions et des modes opératoires identiques du début à la fin de chaque détermination afin de corriger les valeurs analytiques obtenues.

## 7 Détermination de la teneur en silicium total

### 7.1 Classification des méthodes de détermination

La teneur en silicium total doit être déterminée à l'aide de l'une des méthodes indiquées ci-après. Si des résultats d'analyse à quatre chiffres significatifs sont exigés, utiliser la méthode A; pour des résultats à deux ou à trois chiffres significatifs, la méthode B peut être utilisée.

- Méthode A: fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et ICP-OES;
- méthode B: fluorescence de rayons X (XRF, de l'anglais «X-ray fluorescence») en utilisant la méthode de la perle fondue.

### 7.2 Fusion – séparation par déshydratation/insolubilisation – gravimétrie et ICP-OES

#### 7.2.1 Principe

Faire fondre un échantillon avec un carbonate alcalin; traiter le mélange fondu à l'acide pour obtenir, par filtration, la séparation du silicium en deux fractions: le silicium insoluble et le silicium soluble. La teneur en silicium insoluble est déterminée par gravimétrie, en tant que dioxyde de silicium transformé après calcination, tandis que la teneur en silicium soluble du filtrat est déterminée par ICP-OES; leur somme représente la teneur en silicium total.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

### 7.2.2 Réactifs

Des réactifs de qualité analytique doivent être utilisés. Les solutions de réactifs doivent être conservées dans des bouteilles en plastique.

- 7.2.2.1 **Eau**, de qualité 1 au minimum, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.
- 7.2.2.2 **Carbonate de sodium, anhydre**, tel que spécifié dans l'ISO 6353-3 ou de qualité supérieure.
- 7.2.2.3 **Acide chlorhydrique (1+1), (1+4), (1+50)**, préparé par dilution d'acide chlorhydrique avec de l'eau.
- 7.2.2.4 **Acide sulfurique (1+1), (1+4)**, préparé par dilution d'acide sulfurique avec de l'eau.
- 7.2.2.5 **Cellulose en poudre**.
- 7.2.2.6 **Solution d'oxyde de polyéthylène [0,05 % (m/V)]**, préparée par dissolution d'oxyde de polyéthylène dans l'eau.
- 7.2.2.7 **Acide fluorhydrique**, de concentration de 48 %.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

### 7.2.3 Appareillage et instruments

Utiliser l'appareillage et les instruments courants de laboratoire pour analyses chimiques conformément à l'Article 4 de l'ISO 26845.

- 7.2.3.1 **Cuvette en platine**.
- 7.2.3.2 **Creuset en platine**.
- 7.2.3.3 **Brûleur**, permettant de chauffer à 1 100 °C.
- 7.2.3.4 **Four à moufle**, pouvant être utilisé à 1 100 °C.
- 7.2.3.5 **Balance**, d'une précision de 0,1 mg.
- 7.2.3.6 **Spectromètre d'émission optique à plasma induit (ICP-OES**, de l'anglais «Inductively coupled plasma optical emission spectrometer »).

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

### 7.2.4 Mode opératoire

Le mode opératoire doit être tel que décrit ci-après. Le mode opératoire décrit à l'Article 8 de l'ISO 21068-2 peut être utilisé en variante.

#### 7.2.4.1 Fusion de l'échantillon

Peser 0,30 g de l'échantillon et 2,0 g de carbonate de sodium anhydre dans une cuvette en platine; mélanger soigneusement. Commencer à chauffer doucement et augmenter la température progressivement jusqu'à 1 000 °C pour faire fondre l'échantillon entièrement; utiliser pour ce faire un brûleur ou un four à moufle.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

#### 7.2.4.2 Séparation du silicium

Ajouter 20 ml d'acide chlorhydrique (1+1) pour dissoudre le mélange fondu sur une plaque chauffante. À ce stade, le dioxyde de silicium précipite, prenant un aspect géliné. Il existe deux méthodes de séparation du dioxyde de silicium précipité.

- a) Déshydrater le précipité jusqu'à siccité, en prenant les précautions nécessaires pour éviter les projections; ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique et 20 ml d'eau pour dissoudre tout sel mélangé au précipité. Filtrer le précipité au moyen d'un papier filtre, le laver plusieurs fois à l'acide chlorhydrique chaud (1+50) et, ensuite, à l'eau chaude le nombre de fois nécessaire pour qu'il ne contienne plus de sel. Recueillir le filtrat et les liquides de lavage dans une fiole jaugée et compléter à volume constant. Conserver ce précipité en vue de la détermination de la teneur en silicium insoluble par gravimétrie, d'une part, et la solution en vue de la détermination de la teneur en silicium soluble par ICP-OES, d'autre part.
- b) Après retrait du dioxyde de silicium géliné, ajouter 0,05 g de cellulose en poudre et 10 ml de solution d'oxyde de polyéthylène afin d'agglomérer le dioxyde de silicium pour en faciliter la filtration. Filtrer et laver comme précédemment; conserver ensuite ce précipité en vue de la détermination de la teneur en silicium insoluble par gravimétrie, d'une part, et la solution en vue de la détermination de la teneur en silicium soluble par ICP-OES, d'autre part.

#### 7.2.4.3 Méthode par gravimétrie pour le silicium insoluble

Transférer le précipité et le papier filtre qui le contient dans un creuset en platine et calciner à 1 100 °C après carbonisation du papier qui est réduit en cendres. Peser le creuset. Humidifier le précipité dans le creuset avec quelques gouttes d'eau et d'acide sulfurique (1+1) et ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique. Évaporer ensuite jusqu'à siccité sur une plaque chauffante pour éliminer la totalité du dioxyde de silicium; calciner à 1 100 °C et peser de nouveau le creuset. La perte de masse après traitement à l'acide fluorhydrique doit être la quantité de dioxyde de silicium insoluble.

#### 7.2.4.4 Méthode par ICP-OES pour le silicium soluble

Aspirer une aliquote de la solution conservée dans un plasma argon du spectromètre ICP-OES afin de déterminer la teneur en silicium soluble de l'échantillon.

#### 7.2.5 Essai à blanc

Effectuer des déterminations à blanc conformément aux opérations décrites en 7.2.4.1 à 7.2.4.4, sans échantillon.

#### 7.2.6 Tracé de la courbe d'étalonnage

Pour l'ICP-OES, préparer les solutions d'étalonnage de sorte à couvrir la plage des concentrations de silicium dans la solution d'essai. Chaque solution d'étalonnage doit avoir une matrice similaire à celle de la solution d'essai.

À partir de ces solutions d'étalonnage, tracer les courbes d'étalonnage pour le silicium soluble afin d'établir la relation entre l'intensité d'émission et la quantité de silicium.

### 7.2.7 Calculs

À partir de la quantité de silicium insoluble déterminée en 7.2.4.3, de la quantité de silicium soluble déterminée en 7.2.4.4 et du résultat de l'essai à blanc effectué en 7.2.5, calculer la teneur en silicium total conformément à la Formule (1):

$$T.Si = \{[(m_1 - m_0) + (A_1 - A_0)] / m\} \times 0,467 4 \times 100 \quad (1)$$

où

*T.Si* est la teneur en silicium total de l'échantillon, en % (fraction massique);

*m*<sub>1</sub> est la quantité de dioxyde de silicium insoluble dans l'échantillon, en g;

*m*<sub>0</sub> est la quantité de dioxyde de silicium insoluble déterminée lors de l'essai à blanc, en g;

*A*<sub>1</sub> est la quantité de dioxyde de silicium soluble dans l'échantillon, en g;

*A*<sub>0</sub> est la quantité de dioxyde de silicium soluble déterminée lors de l'essai à blanc, en g;

*m* est la quantité pesée (masse) de l'échantillon, en g.

### 7.3 Méthode par fluorescence de rayons X (XRF) en utilisant la méthode de la perle fondue

Le mode opératoire doit être conforme à l'EN 12698-2.

## 8 Détermination de la teneur en azote total

### 8.1 Classification des méthodes de détermination

La teneur en azote total doit être déterminée à l'aide de l'une des méthodes indiquées ci-après. Si des résultats d'analyse à quatre chiffres significatifs sont exigés, utiliser la méthode A ou la méthode C; pour des résultats à deux chiffres significatifs, la méthode B peut être utilisée.

- Méthode A: méthode par décomposition en milieu acide sous pression – séparation par distillation – titrage acidimétrique;
- méthode B: méthode par fusion sous gaz inerte – conductivité thermique;
- méthode C: méthode par fusion – séparation de l'ammoniac – titrage acidimétrique.

### 8.2 Méthode par décomposition en milieu acide sous pression – séparation par distillation – titrage acidimétrique

#### 8.2.1 Principe

Décomposer un échantillon dans un récipient de décomposition sous pression avec un mélange d'acide fluorhydrique et d'acide sulfurique pour convertir l'azote en ammoniac. Ajouter de l'acide borique et transférer la solution dans une fiole de distillation. Ajouter de l'hydroxyde de sodium et procéder à une distillation par entraînement à la vapeur. Faire réagir l'ammoniac distillé avec une quantité connue

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

d'acide amidosulfurique et effectuer le titrage en retour de l'excédent d'acide amidosulfurique avec une solution d'hydroxyde de sodium normalisée.

### 8.2.2 Réactifs

Des réactifs de qualité analytique doivent être utilisés. Les solutions de réactifs doivent être conservées dans des bouteilles en plastique.

**8.2.2.1 Eau**, de qualité 1 au minimum, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

Formatted: Pattern: Clear

**8.2.2.2 Acide fluorhydrique.**

Formatted: Pattern: Clear

**8.2.2.3 Acide sulfurique.**

**8.2.2.4 Hydroxyde de sodium**, de pureté supérieure à 97,0 % (fraction massique).

**8.2.2.5 Solution d'hydroxyde de sodium (500 g/l)**, préparée par dissolution d'hydroxyde de sodium dans l'eau.

**8.2.2.6 Acide amidosulfurique**, de pureté supérieure à 99,0 % (fraction massique).

**8.2.2.7 Solution d'acide amidosulfurique à 0,1 mol/l**, préparée par dissolution d'une masse de 10,0 g d'acide amidosulfurique dans la quantité d'eau nécessaire pour obtenir un volume de 1 000 ml. Calculer le facteur de cette solution conformément à la Formule (2):

Formatted: Pattern: Clear

$$F = m \times P / (9,7095 \times 100)$$

(2)

où

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

$m$  est la quantité pesée (masse) d'acide amidosulfurique, en g;

$P$  est la pureté de l'acide amidosulfurique, en % (fraction massique).

**8.2.2.8 Solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l**, préparée par dissolution d'hydroxyde de sodium dans l'eau conformément au paragraphe 5.2.2.8 de l'ISO 21068-3. **Transférer exactement 50 ml** de la solution d'acide amidosulfurique à 0,1 mol/l dans un bécher (200 ml); diluer à 100 ml environ avec de l'eau. Titrer cette solution avec la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l à l'aide d'un pH-mètre. Prendre le point de virage correspondant au pH 5,5 et déterminer le volume de titrant consommé. Calculer le facteur de cette solution conformément à la Formule (3):

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

$$F_1 = F \times 50,00 / V$$

(3)

où

$F_1$  est le facteur de la solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l;

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

$V$  est le volume de solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l utilisé pour le titrage, en ml.

**8.2.2.9 Acide borique.**