

Date: ~~2022-11-22~~2019-02

ISO 21813:2019(F)

ISO/TC 206

Secrétariat: JISC

Céramiques techniques (céramiques techniques avancées) — Méthodes d'analyse chimique des poudres de titanate de baryum de haute pureté

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Methods for chemical analysis of high purity barium titanate powders

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21813:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b12a341d-29e9-4e28-8c7d-f719d560e7d7/iso-21813-2019>

Style Definition: Heading 1: Indent: Left: 0 pt, First line: 0 pt

Style Definition: Heading 2: Font: Bold, Tab stops: Not at 18 pt

Style Definition: Heading 3: Font: Bold

Style Definition: Heading 4: Font: Bold

Style Definition: Heading 5: Font: Bold

Style Definition: Heading 6: Font: Bold

Style Definition: ANNEX

Style Definition: Body Text_Center

Style Definition: Dimension_100

Style Definition: Figure Graphic

Style Definition: Figure subtitle

Style Definition: List Continue 1

Style Definition: List Number 1

Style Definition: RefNorm

Style Definition: AMEND Terms Heading: Font: Bold

Style Definition: AMEND Heading 1 Unnumbered: Font: Bold

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019, 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

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21813:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b12a341d-29e9-4e28-8c7d-f719d560e7d7/iso-21813-2019>

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
1 <u>Domaine d'application</u>	Error! Bookmark not defined.
2 <u>Références normatives</u>	Error! Bookmark not defined.
3 <u>Termes et définitions</u>	Error! Bookmark not defined.
4 <u>Analytes et plages de concentration</u>	Error! Bookmark not defined.
5.1 Généralités.....	3
5.2 Échantillonnage	3
5.3 Séchage.....	3
5.4 Pesée	3
6.1 Nombre d'analyses.....	3
6.2 Essai à blanc	3
6.3 Évaluation des valeurs analytiques	3
6.4 Expression des valeurs analytiques	4
7.1 Classification des méthodes de détermination	4
7.2 Méthode par gravimétrie après décomposition en milieu acide	4
7.2.1 Principe.....	4
7.2.2 Réactifs.....	5
7.2.3 Appareillage	5
7.2.4 Mode opératoire	5
7.2.5 Essai à blanc	6
7.2.6 Calculs.....	6
7.3 Méthode ICP-OES après décomposition en milieu acide.....	7
7.3.1 Principe.....	7
7.3.2 Réactifs.....	7
7.3.3 Appareillage	7
7.3.4 Mode opératoire	7
7.3.5 Essai à blanc	8
7.3.6 Tracé de la courbe d'étalonnage	8
7.3.7 Calculs.....	8
8.1 Principe.....	8
8.2 Réactifs.....	8
8.3 Appareillage	9
8.4 Mode opératoire	9
8.5 Essai à blanc	10
8.6 Tracé de la courbe d'étalonnage	10
8.7 Calculs.....	10
9.1 Principe.....	11
9.2 Réactifs.....	11
9.3 Appareillage	11
9.4 Instrument	12
9.5 Mode opératoire	13
9.5.1 Mise en marche de l'instrument.....	13
9.5.2 Chauffage préliminaire	13
9.5.3 Dégazage du creuset en graphite.....	13
9.5.4 Mesure.....	13
9.6 Essai à blanc	14
9.7 Calcul du coefficient d'étalonnage.....	14
9.8 Calculs.....	14

10.1	Principe.....	15
10.2	Réactifs.....	15
10.3	Appareillage.....	15
10.4	Instrument.....	15
10.5	Mode opératoire.....	15
10.6	Essai à blanc.....	15
10.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	15
10.8	Calculs.....	16
11.1	Classification des méthodes de détermination.....	16
11.2	Spectrométrie d'absorption infrarouge (IR) après combustion (four à résistance).....	16
11.2.1	Principe.....	16
11.2.2	Réactifs.....	17
11.2.3	Appareillage.....	17
11.2.4	Instrument.....	17
11.2.5	Mode opératoire.....	18
11.2.6	Essai à blanc.....	19
11.2.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	19
11.2.8	Calculs.....	19
11.3	Combustion (four à chauffage par radiofréquence) – conductimétrie thermique.....	20
11.3.1	Principe.....	20
11.3.2	Réactifs.....	20
11.3.3	Appareillage.....	20
11.3.4	Instrument.....	20
11.3.5	Mode opératoire.....	21
11.3.6	Essai à blanc.....	22
11.3.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	22
11.3.8	Calculs.....	22
11.4	Spectrométrie d'absorption infrarouge après combustion (four à chauffage par radiofréquence).....	22
11.4.1	Principe.....	22
11.4.2	Réactifs.....	22
11.4.3	Appareillage.....	22
11.4.4	Instrument.....	23
11.4.5	Mode opératoire.....	23
11.4.6	Essai à blanc.....	24
11.4.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	24
11.4.8	Calculs.....	24
	Annexe A (informative) Résultats d'analyse obtenus lors de l'essai interlaboratoires.....	25
	Bibliographie.....	28

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).

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. 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).

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/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Formatted: French (Switzerland)

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

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: Default Paragraph Font, French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

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

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

Formatted: Emphasis, Font color: Black, French (Switzerland)

Formatted: French (Switzerland)

Céramiques techniques (céramiques techniques avancées) — Méthodes d'analyse chimique des poudres de titanate de baryum de haute pureté

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'analyse chimique de poudres fines de titanate de baryum de haute pureté utilisées comme matière première pour les céramiques techniques.

Le présent document spécifie les méthodes de détermination des teneurs en baryum, titane, aluminium, cadmium, calcium, cobalt, dysprosium, fer, plomb, magnésium, manganèse, nickel, niobium, potassium, silicium, sodium, strontium, vanadium, zirconium, carbone, oxygène et azote dans les poudres de titanate de baryum de haute pureté. Les teneurs en baryum et en titane (les éléments principaux) sont déterminées au moyen d'une méthode par gravimétrie après décomposition en milieu acide ou d'une méthode par spectrométrie d'émission optique à plasma induit (ICP-OES) après décomposition en milieu acide. Les teneurs en aluminium, cadmium, calcium, chrome, cobalt, dysprosium, fer, plomb, magnésium, manganèse, nickel, niobium, potassium, silicium, strontium, vanadium et zirconium sont déterminées simultanément au moyen d'une méthode par ICP-OES après minéralisation en milieu acide. La teneur en azote est déterminée à l'aide d'une méthode par conductivité thermique après fusion sous gaz inerte, tandis que celle de l'oxygène est déterminée en utilisant une méthode par spectrométrie d'absorption infrarouge après fusion sous gaz inerte. Enfin, la teneur en carbone est déterminée au moyen d'une méthode par spectrométrie d'absorption infrarouge après combustion ou d'une méthode par conductométrie après combustion.

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).

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

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

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

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

~~<std>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

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document ne contient pas de liste de termes.

L'ISO et l'IEC et les définitions:

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO- Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

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

Formatted: Hyperlink

4 Analytes et plages de concentration

- a) Baryum (Ba), plage de 40 % à 60 % (fraction massique).
- b) Titane (Ti), plage de 10 % à 30 % (fraction massique).
- c) Aluminium (Al), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- d) Cadmium (Cd), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- e) Calcium (Ca), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- f) Cobalt (Co), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- g) Dysprosium (Dy), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- h) Fer (Fe), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- i) Plomb (Pb), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- j) Magnésium (Mg), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- k) Manganèse (Mn), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- l) Nickel (Ni), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- m) Niobium (Nb), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- n) Potassium (K), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- o) Silicium (Si), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- p) Sodium (Na), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).

Formatted: French (Switzerland)

- q) Strontium (Sr), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- r) Vanadium (V), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- s) Zirconium (Zr), plage de 0,001 % à 0,03 % (fraction massique).
- t) Azote total (T.N), plage de 0,01 % à 5 % (fraction massique).
- u) Oxygène (O), plage de 10 % à 30 % (fraction massique).
- v) Carbone (C), plage de 0,01 % à 5 % (fraction massique).

5 Préparation de l'échantillon pour essai

5.1 Généralités

La méthode de préparation de l'échantillon doit être conforme à l'ISO 8656-1, à moins que l'analyseur et le client n'aient convenu ensemble d'un accord différent.

5.2 Échantillonnage

L'échantillon doit être prélevé conformément à l'ISO 8656-1.

5.3 Séchage

Introduire un échantillon de 10 g 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 ± 5) °C pendant 2 h. Couvrir et laisser refroidir dans un dessiccateur (déshydratant: perchlorate de magnésium) pendant 1 h.

5.4 Pesée

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

6 Consignation des valeurs analytiques

6.1 Nombre d'analyses

Analyser l'échantillon à deux dates différentes.

6.2 Essai à blanc

Une fois l'échantillon analysé, effectuer un essai à blanc pour corriger les valeurs mesurées.

6.3 Évaluation des valeurs analytiques

Lorsque l'écart entre les deux valeurs analytiques ne dépasse pas la valeur de tolérance (Tableau 1), la valeur moyenne doit être consignée. Lorsque l'écart entre les deux valeurs analytiques dépasse la valeur de tolérance, procéder à deux analyses supplémentaires. Si l'écart entre les valeurs de ces deux nouvelles

Formatted: Pattern: Clear

ISO 21813:2019(F)

analyses ne dépasse pas la valeur de tolérance, leur moyenne doit être consignée. Si cet écart dépasse de nouveau la valeur de tolérance, la valeur médiane des quatre valeurs analytiques doit être consignée.

6.4 Expression des valeurs analytiques

Les valeurs analytiques doivent être exprimées en pourcentage (%) [fraction massique], à l'état sec.

- a) Baryum, titane, oxygène et azote: exprimer les résultats à deux décimales.
- b) Autres: exprimer les résultats à trois décimales.

Tableau 1 — Tolérances sur les valeurs analytiques

Unité: % (fraction massique)

Élément	Ba	Ti	Al, Cd, Ca, Co, Dy, Fe, Pb, Mg, Mn, Ni, Nb, K, Si, Na, Sr, V, Zr,	N total	O	C
Tolérance	0,30 ^a	0,20 ^a	0,001 ^c	0,01 ^e	0,50	0,005
	0,40 ^b	0,30 ^b	0,005 ^d	0,05 ^f		

^a Méthode par gravimétrie après décomposition en milieu acide.
^b Méthode ICP-OES après décomposition en milieu acide.
^c Applicable aux teneurs inférieures à 0,01 % (fraction massique).
^d Applicable aux teneurs inférieures à 0,01 % (fraction massique).
^e Applicable aux teneurs inférieures à 1,0 % (fraction massique).
^f Applicable aux teneurs inférieures à 1,0 % (fraction massique).

7 Détermination des teneurs en baryum et en titane

7.1 Classification des méthodes de détermination

Les teneurs en baryum et en titane doivent être déterminées par l'une ou l'autre des méthodes suivantes:

- méthode A: méthode par gravimétrie après décomposition en milieu acide;
- méthode B: méthode ICP-OES après décomposition en milieu acide.

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.

7.2 Méthode par gravimétrie après décomposition en milieu acide

7.2.1 Principe

Une prise d'essai de l'échantillon est décomposée en utilisant du peroxyde d'hydrogène et de l'acide chlorhydrique. Le baryum présent dans la solution d'essai est analysé par gravimétrie en utilisant de l'acide sulfurique. Le titane présent dans la solution d'essai est analysé par gravimétrie en utilisant une solution d'ammoniac.

7.2.2 Réactifs

Durant l'analyse, sauf indication contraire, seuls des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de pureté équivalente doivent être utilisés.

Les réactifs doivent être conformes aux exigences de l'ISO 6353-1, l'ISO 6353-2 et l'ISO 6353-3, selon le cas. Les exigences spécifiques propres aux réactifs sont indiquées dans le paragraphe qui les concerne.

- 7.2.2.1 **Solution aqueuse d'ammoniac (NH₃)**, (ISO 6353-2, R 3), 25 % (fraction massique).
- 7.2.2.2 **Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂)**, (ISO 6353-2, R 14), 30 % (fraction massique).
- 7.2.2.3 **Acide chlorhydrique (HCl)**, (ISO 6353-2, R 13), 35 % (fraction massique).
- 7.2.2.4 **Acide sulfurique (H₂SO₄)**, (ISO 6353-2, R 37), 95 % (fraction massique).
- 7.2.2.5 **Peroxyde d'hydrogène (1 + 10)**.
- 7.2.2.6 **Acide chlorhydrique (1 + 10)**.
- 7.2.2.7 **Acide sulfurique (1 + 1)**.
- 7.2.2.8 **Eau**, de qualité 1 au minimum, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

7.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, ainsi que ce qui suit.

- 7.2.3.1 **Béchers en PTFE**, de volume nominal approprié (250 mL).
- 7.2.3.2 **Burette**, graduée tous les 0,1 mL, de volume maximal de 50 mL.
- 7.2.3.3 **Pipette en PTFE**, adaptée au transfert de chaque échantillon ou solution étalon.
- 7.2.3.4 **Dessiccateur**, contenant du gel de silice déshydraté comme agent déshydratant.
- 7.2.3.5 **Balance**, pouvant peser à 0,1 mg près.
- 7.2.3.6 **Four électrique**, pouvant fonctionner à (1 000 ± 50) °C.
- 7.2.3.7 **Creuset en platine** (30 mL).
- 7.2.3.8 **Couvercle de bécher en PTFE**.
- 7.2.3.9 **Fliale jaugée** (100 mL, 500 mL).
- 7.2.3.10 **Plaque chauffante**, avec agitateur magnétique.

7.2.4 Mode opératoire

7.2.4.1 Peser 0,30 g de l'échantillon pour essai et les transférer dans un bécher en PTFE (7.2.3.1) de 250 mL. Placer le barreau d'agitation magnétique dans le bécher contenant l'échantillon pour essai; avec précaution, ajouter dans celui-ci 20 mL d'eau, 10 mL de peroxyde d'hydrogène (7.2.2.2) et 20 mL d'acide chlorhydrique (7.2.2.3). Couvrir le bécher avec un couvercle en PTFE (7.2.3.8) et chauffer le

Formatted: Pattern: Clear

contenu à (85 ± 5) °C jusqu'à dissolution complète de l'échantillon. Après refroidissement, transférer la solution dans une fiole jaugée de 100 mL, compléter au trait de jauge avec de l'eau et bien mélanger.

L'échantillon de poudre fine de titanate de baryum de haute pureté se décompose entièrement dans l'acide chlorhydrique et le peroxyde d'hydrogène. Toutefois, la présence d'impuretés ou de gros grains dans l'échantillon peut gêner le processus de décomposition. Si l'échantillon n'est pas complètement décomposé par la méthode de décomposition en milieu acide, il est recommandé d'appliquer d'autres méthodes de décomposition. Celles-ci comprennent la décomposition en milieu acide sous pression, la mise en solution par fusion ou la mise en solution en milieu acide par four à micro-ondes.

7.2.4.2 Transférer une aliquote de 50 mL de la solution d'essai (7.2.4.1) dans un bécher en PTFE (7.2.3.1) de 250 mL et ajouter 10 mL d'acide sulfurique (1 + 1) (7.2.2.7). Après avoir couvert le bécher avec un couvercle en PTFE (7.2.3.8), chauffer le contenu à 200 °C pendant 1 h.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

7.2.4.3 Filtrer la solution avec un papier filtre sans cendre et laver le précipité à l'eau chaude à plusieurs reprises. Conserver le filtrat et les eaux de lavage dans le bécher couvert du verre de montre en vue de la détermination de la teneur en titane.

7.2.4.4 Transférer le précipité et le papier filtre dans un creuset en platine de 30 mL. Chauffer le creuset dans un four électrique réglé à basse température jusqu'à ce que le papier filtre soit totalement réduit en cendres. Chauffer le creuset et son contenu dans un four électrique à (1 000 ± 50) °C pendant 1 h. Après refroidissement dans un dessiccateur, peser le sulfate de baryum.

7.2.4.5 Ajouter 50 mL de solution aqueuse d'ammoniac (7.2.2.1) au filtrat (7.2.4.3). Filtrer la solution avec du papier filtre sans cendre et laver le précipité à l'eau chaude à plusieurs reprises. Transférer le précipité avec le papier filtre dans un creuset en platine de 30 mL. Chauffer l'échantillon dans un four électrique réglé à basse température jusqu'à ce que le papier filtre soit totalement réduit en cendres. Chauffer ensuite le creuset et son contenu dans un four électrique à (1 000 ± 50) °C pendant 1 h. Après refroidissement dans un dessiccateur, peser l'oxyde de titane.

Formatted: Pattern: Clear

Formatted: Pattern: Clear

7.2.5 Essai à blanc

Exécuter le mode opératoire décrit en 7.2.4 sans échantillon. La solution obtenue à la fin est marquée comme étant la «solution à blanc».

Formatted: Pattern: Clear

7.2.6 Calculs

Calculer les teneurs en baryum et en titane conformément à la Formule (1):

Formatted: Pattern: Clear

$$W = [(W_2 - W_1) / m] \times V / a \times F_1 \text{ ou } F_2 \times 100 \tag{1}$$

où

W est la teneur en baryum ou en titane, en % (fraction massique);

W_1 est la masse du creuset en platine vide (essai à blanc), en g;

W_2 est la masse du creuset en platine après calcination, en g;

m est la masse de l'échantillon, en g;

V est le volume de la solution d'essai, en mL;