
**Céramiques techniques — Méthodes
d'analyse chimique des poudres de
nitrure d'aluminium**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21814:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfb7be56-4b60-4e68-b67c-9e5e33a0db3e/iso-21814-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21814:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfb7be56-4b60-4e68-b67c-9e5e33a0db3e/iso-21814-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Analytes et plages	2
5 Préparation de l'échantillon pour essai	3
5.1 Généralités	3
5.2 Prélèvement	3
5.3 Séchage	3
5.4 Pesée	3
6 Consignation des valeurs analytiques	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	3
7 Détermination de la teneur en aluminium	4
7.1 Classification des méthodes de détermination	4
7.2 Méthode par décomposition en milieu acide / ICP-OES	4
7.2.1 Principe	4
7.2.2 Réactifs	4
7.2.3 Appareillage et instruments	5
7.2.4 Mode opératoire	5
7.2.5 Essai à blanc	5
7.2.6 Tracé de la courbe d'étalonnage	5
7.2.7 Calcul	6
7.3 Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / CyDTA / titrage en retour au zinc	6
7.3.1 Principe	6
7.3.2 Réactifs	6
7.3.3 Appareillage et instruments	6
7.3.4 Mode opératoire	7
7.3.5 Essai à blanc	8
7.3.6 Calcul	8
8 Détermination de la teneur en azote total	8
8.1 Classification des méthodes de détermination	8
8.2 Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / séparation par distillation / titrage acidimétrique	9
8.2.1 Principe	9
8.2.2 Réactifs	9
8.2.3 Appareillage	10
8.2.4 Mode opératoire	12
8.2.5 Mesurage du taux de récupération	12
8.2.6 Calcul	13
8.3 Méthode par décomposition directe / séparation par distillation / titrage acidimétrique	13
8.3.1 Principe	13
8.3.2 Réactifs	13
8.3.3 Appareillage	13
8.3.4 Mode opératoire	13
8.3.5 Mesurage du taux de récupération	13
8.3.6 Calcul	13
8.4 Méthode par fusion sous gaz inerte / conductivité thermique	14

8.4.1	Principe.....	14
8.4.2	Réactifs.....	14
8.4.3	Appareillage.....	14
8.4.4	Instrument.....	15
8.4.5	Mode opératoire.....	16
8.4.6	Essai à blanc.....	16
8.4.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	16
8.4.8	Calcul.....	17
9	Détermination des teneurs en sodium et en potassium.....	17
9.1	Classification des méthodes de détermination.....	17
9.2	Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / émission de flamme.....	17
9.2.1	Principe.....	17
9.2.2	Réactifs.....	18
9.2.3	Instruments.....	18
9.2.4	Mode opératoire.....	18
9.2.5	Essai à blanc.....	19
9.2.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	19
9.2.7	Calcul.....	19
9.3	Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / spectrométrie d'absorption atomique.....	19
9.3.1	Principe.....	19
9.3.2	Réactifs.....	19
9.3.3	Instruments.....	19
9.3.4	Mode opératoire.....	19
9.3.5	Essai à blanc.....	20
9.3.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	20
9.3.7	Calcul.....	20
10	Détermination des teneurs en éléments traces.....	20
10.1	Classification des méthodes de détermination.....	20
10.2	Méthode par décomposition en milieu acide / ICP-OES.....	20
10.2.1	Principe.....	20
10.2.2	Réactifs.....	20
10.2.3	Appareillage et instruments.....	21
10.2.4	Mode opératoire.....	21
10.2.5	Essai à blanc.....	22
10.2.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	22
10.2.7	Calcul.....	22
10.3	Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / ICP-OES.....	22
10.3.1	Généralités.....	22
10.3.2	Réactifs.....	22
10.3.3	Appareillage et instruments.....	22
10.3.4	Mode opératoire.....	23
10.3.5	Essai à blanc.....	23
10.3.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	23
10.3.7	Calcul.....	23
11	Détermination de la teneur en oxygène.....	23
11.1	Principe.....	23
11.2	Réactifs.....	23
11.3	Appareillage.....	23
11.4	Instruments.....	23
11.5	Mode opératoire.....	24
11.6	Essai à blanc.....	24
11.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	24
11.8	Calcul.....	24
12	Détermination de la teneur en carbone.....	24
12.1	Classification des méthodes de détermination.....	24

12.2	Combustion (four à résistance) / spectrométrie d'absorption IR.....	25
12.2.1	Principe.....	25
12.2.2	Réactifs.....	25
12.2.3	Appareillage.....	25
12.2.4	Instrument.....	25
12.2.5	Mode opératoire.....	27
12.2.6	Essai à blanc.....	27
12.2.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	27
12.2.8	Calcul.....	28
12.3	Combustion (four à chauffage par radiofréquences) / conductimétrie thermique.....	28
12.3.1	Principe.....	28
12.3.2	Réactifs.....	28
12.3.3	Appareillage.....	28
12.3.4	Instrument.....	28
12.3.5	Mode opératoire.....	29
12.3.6	Essai à blanc.....	30
12.3.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	30
12.3.8	Calcul.....	30
12.4	Combustion (four à chauffage par radiofréquences) / spectrométrie d'absorption IR.....	30
12.4.1	Principe.....	30
12.4.2	Réactifs.....	30
12.4.3	Appareillage.....	30
12.4.4	Instrument.....	30
12.4.5	Mode opératoire.....	31
12.4.6	Essai à blanc.....	32
12.4.7	Calcul du coefficient d'étalonnage.....	32
12.4.8	Calcul.....	32
13	Détermination des teneurs en fluor et en chlore.....	32
13.1	Principe.....	32
13.2	Réactifs.....	32
13.3	Appareillage et instruments.....	33
13.4	Mode opératoire.....	34
13.4.1	Extraction du fluor et du chlore de l'échantillon.....	34
13.4.2	Détermination des teneurs en fluor et en chlore.....	34
13.5	Essai à blanc.....	35
13.6	Tracé de la courbe d'étalonnage.....	35
13.7	Calcul.....	35
14	Rapport d'essai.....	35
Annexe A (informative) Résultats analytiques obtenus lors de l'essai comparatif interlaboratoires.....		36
Bibliographie.....		37

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 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).

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 www.iso.org/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/fr/members.html.

Céramiques techniques — Méthodes d'analyse chimique des poudres de nitrure d'aluminium

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'analyse chimique des poudres de nitrure d'aluminium utilisées comme matière première pour les céramiques techniques.

Le présent document stipule les méthodes de détermination des teneurs en aluminium, azote total, bore, calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, molybdène, nickel, potassium, silicium, sodium, titane, tungstène, vanadium, zinc, zirconium, carbone, chlore, fluor et oxygène des poudres de nitrure d'aluminium. La teneur en aluminium est déterminée à l'aide d'une méthode par décomposition sous pression en milieu acide / CyDTA / titrage en retour au zinc, ou d'une méthode par digestion acide / spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES). La teneur totale en azote est déterminée à l'aide d'une méthode par décomposition sous pression en milieu acide / séparation par distillation / titrage acidimétrique, d'une méthode par décomposition directe: séparation par distillation / titrage acidimétrique, ou d'une méthode par fusion sous gaz inerte / conductivité thermique. Les teneurs en bore, calcium, cuivre, fer, magnésium, manganèse, molybdène, nickel, potassium, silicium, sodium, titane, tungstène, vanadium et zinc sont déterminées à l'aide d'une méthode par digestion acide / ICP-OES ou d'une méthode par décomposition sous pression en milieu acide / ICP-OES. Les teneurs en sodium et potassium sont déterminées à l'aide d'une méthode par décomposition sous pression en milieu acide / émission de flamme, ou d'une méthode par décomposition sous pression en milieu acide / spectrométrie d'absorption atomique. La teneur en oxygène est déterminée à l'aide d'une méthode par fusion sous gaz inerte / spectrométrie d'absorption IR, tandis que la teneur en carbone est déterminée à l'aide d'une méthode par combustion / spectrométrie d'absorption IR ou d'une méthode par conduction / conductimétrie. Les teneurs en chlore et en fluor sont déterminées à l'aide d'une méthode par pyrohydrolyse suivie d'une chromatographie ionique ou d'une spectrophotométrie.

21814-2019

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

ISO 21068-3:2008, *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*

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)*

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

ISO 26845:2008, *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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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/>

4 Analytes et plages

- a) Aluminium (Al), plage de 40 % à 70 % (en fraction massique).
- b) Azote total (N.T), plage de 20 % à 40 % (en fraction massique).
- c) Bore (B), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- d) Calcium (Ca), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- e) Cuivre (Cu), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- f) Fer (Fe), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- g) Magnésium (Mg), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- h) Manganèse (Mn), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- i) Molybdène (Mo), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- j) Nickel (Ni), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- k) Potassium (K), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- l) Silicium (Si), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- m) Sodium (Na), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- n) Titane (Ti), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- o) Tungstène (W), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- p) Vanadium (V), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- q) Zinc (Zn), plage de 0,001 % à 0,03 % (en fraction massique).
- r) Carbone (C), plage de 0,01 % à 6 % (en fraction massique).
- s) Chlore (Cl), plage de 0,001 % à 0,5 % (en fraction massique).
- t) Fluor (F), plage de 0,001 % à 0,2 % (en fraction massique).
- u) Oxygène (O), plage de 0,05 % à 5 % (en fraction massique).

5 Préparation de l'échantillon pour essai

5.1 Généralités

La méthode de préparation des échantillons doit être conforme à l'ISO 8656-1, sauf accord contraire entre la personne en charge de l'analyse et le client.

5.2 Prélèvement

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

5.3 Séchage

Placer 10 g d'échantillon dans un flacon à tare plat (60 mm × 30 mm) et l'étaler uniformément sur le fond du flacon. Placer le flacon dans un bain d'air à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 2 h, non couvert, puis le refroidir dans un dessiccateur (avec du perchlorate de magnésium comme dessiccant), couvert, pendant 1 h.

5.4 Pesée

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

6 Consignation des valeurs analytiques

6.1 Nombre d'analyses

Analyser deux fois l'échantillon sur deux jours différents.

6.2 Essai à blanc

Lors de l'analyse, réaliser un essai à blanc pour corriger les valeurs mesurées.

6.3 Évaluation des valeurs analytiques

Si la différence entre les deux valeurs analytiques ne dépasse pas la valeur de la tolérance ([Tableau 1](#)), consigner la valeur moyenne. Si la différence entre les deux valeurs analytiques dépasse la valeur de la tolérance, effectuer deux analyses supplémentaires. Si la différence entre ces deux analyses supplémentaires ne dépasse pas la valeur de la tolérance, consigner la valeur moyenne de ces deux analyses supplémentaires. Si la différence dépasse également la valeur de la tolérance, consigner la médiane de quatre valeurs analytiques.

6.4 Expression des valeurs analytiques

Les valeurs analytiques doivent être présentées en % (en fraction massique), à sec.

- a) Aluminium, azote total et oxygène: exprimer les résultats avec quatre chiffres, dont deux chiffres après la virgule.
- b) Autres éléments: exprimer les résultats avec trois chiffres après la virgule.

Tableau 1 — Tolérances applicables aux valeurs analytiques

Unités: % (en fraction massique)

Élément	Al	N total	Si, Ti, Fe, Ca, Mg, V, Mo, W, Cu, Ni, Zn, Mn, B, Na, K, F, Cl	O	C
Tolérance	0,20 ^a 0,30 ^b	0,20 ^c 0,40 ^d	0,001 ^e 0,005 ^f	0,05	0 005
^a Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / CyDTA / titrage en retour au zinc. ^b Méthode par décomposition en milieu acide / ICP-OES. ^c Méthode par décomposition sous pression en milieu acide (ou décomposition directe) / séparation par distillation / titrage acidimétrique. ^d Méthode par fusion sous gaz inerte / conductivité thermique. ^e Applicable aux teneurs inférieures à 0,01 % (en fraction massique). ^f Applicable aux teneurs supérieures ou égales à 0,01 % (en fraction massique).					

7 Détermination de la teneur en aluminium

7.1 Classification des méthodes de détermination

Méthode A: décomposition en milieu acide / ICP-OES.

Méthode B: décomposition sous pression en milieu acide / CyDTA / titrage en retour au zinc.

Si des résultats analytiques avec quatre chiffres significatifs sont requis, utiliser la méthode B; si deux ou trois chiffres significatifs sont requis, la méthode A peut être utilisée.

7.2 Méthode par décomposition en milieu acide / ICP-OES

7.2.1 Principe

Une partie de l'échantillon est décomposée dans de l'eau, de l'acide sulfurique et du peroxyde d'hydrogène. Après ajustement au volume requis, l'intensité d'émission de l'aluminium présent dans la solution d'essai est mesurée par ICP-OES à une ou plusieurs des longueurs d'onde suivantes: 396,15 nm, 309,28 nm et 394,40 nm.

7.2.2 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique. Conserver les solutions de réactifs dans des flacons en plastique.

7.2.2.1 Eau, de qualité 1 ou supérieure comme spécifié dans l'ISO 3696.

7.2.2.2 Acide sulfurique (1+9, 1+180).

7.2.2.3 Acide chlorhydrique (1+1, 1+3).

7.2.2.4 Solution mère d'aluminium (Al à 10 mg/ml).

Laver la surface de l'aluminium (de pureté supérieure à 99,999 % en fraction massique) avec une solution d'acide chlorhydrique (1+3). Laver la couche oxydée avec de l'eau, de l'éthanol (99,5 %) et de l'éther diéthylique. Sécher l'aluminium dans un dessiccateur (avec du perchlorate de magnésium comme dessiccant). Peser 5 g d'aluminium dans un bécher en PTFE et couvrir d'un verre de montre en PTFE. Ajouter 50 ml de solution d'acide chlorhydrique (1+1) et chauffer pour dissoudre dans un bain de

vapeur. Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait et homogénéiser.

NOTE Une solution étalon du commerce traçable jusqu'au système international est également disponible.

7.2.2.5 Solution étalon d'aluminium (Al à 1 mg/ml).

Introduire 10 ml de solution mère d'aluminium (7.2.2.4) dans une fiole jaugée en plastique de 100 ml. Diluer avec de l'acide sulfurique (1+180) jusqu'au trait et homogénéiser.

7.2.3 Appareillage et instruments

Utiliser les appareils et les instruments courants de laboratoire pour l'analyse chimique conformément à l'ISO 26845:2008, Article 4.

7.2.3.1 ICP-OES.

7.2.4 Mode opératoire

7.2.4.1 Décomposition de l'échantillon

Peser 0,30 g d'échantillon pour essai et l'introduire dans un bécher de 250 ml. Ajouter 15 ml d'eau, 20 ml d'acide sulfurique et 10 ml de peroxyde d'hydrogène. Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer à 280 °C jusqu'à dissolution complète de l'échantillon pour essai. Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 500 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait et homogénéiser.

NOTE Si l'échantillon pour essai n'est pas complètement dissous, ajouter un peu plus de peroxyde d'hydrogène et continuer à chauffer pour dissoudre l'échantillon. Il est également permis d'appliquer la méthode de décomposition sous pression en milieu acide (7.3).

7.2.4.2 Mesurage

Transférer une aliquote de 10 ml de la solution mère dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait et homogénéiser. Pulvériser une partie de la solution d'essai dans la flamme de l'ICP-OES et mesurer l'intensité d'émission correspondant à l'aluminium à une ou plusieurs des longueurs d'onde suivantes: 396,15 nm, 309,28 nm et 394,40 nm.

7.2.5 Essai à blanc

Effectuer l'opération décrite en 7.2.4 sans prélever d'échantillon pour obtenir la valeur de l'essai à blanc.

7.2.6 Tracé de la courbe d'étalonnage

Transférer des aliquotes de 0 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution étalon d'aluminium (7.2.2.5) dans six fioles jaugées de 100 ml distinctes. Dans chaque fiole, ajouter 10 ml d'acide sulfurique (1+10), diluer avec de l'eau jusqu'au trait et homogénéiser.

Pulvériser une partie de chaque solution dans la flamme de l'ICP-OES et mesurer l'intensité d'émission correspondant à l'aluminium à une ou plusieurs des longueurs d'onde suivantes: 396,15 nm, 309,28 nm et 394,40 nm. Des interférences peuvent survenir. Choisir soigneusement la longueur d'onde optimale, exempte d'interférences dues à des éléments concomitants.

7.2.7 Calcul

Déterminer la concentration en aluminium de la solution d'essai et le blanc à partir de la courbe d'étalonnage. Calculer la teneur en aluminium, Al , exprimée en pourcentage en fraction massique, à l'aide de la [Formule \(1\)](#).

$$Al = \left[(A - A_0) / m \right] \times 500 / 10 \times 100 \quad (1)$$

où

Al est la teneur en aluminium, en % (en fraction massique);

A est la masse d'aluminium dans la solution d'essai, en g;

A_0 est la masse d'aluminium dans la solution à blanc, en g;

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

7.3 Méthode par décomposition sous pression en milieu acide / CyDTA / titrage en retour au zinc

7.3.1 Principe

Un échantillon est décomposé sous pression en présence d'acide sulfurique dans un récipient de décomposition, auquel est ajouté un excédent de solution de CyDTA. Après ajustement du pH à l'hexaméthylènetétramine, la solution est titrée avec une solution étalon de zinc en utilisant de l'orange de xylénol comme indicateur.

7.3.2 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique. Conserver les solutions de réactifs dans des flacons en plastique. Utiliser les réactifs décrits en [7.2.2](#), ainsi que les suivants:

7.3.2.1 Solution d'hexaméthylènetétramine (200 g/l).

7.3.2.2 Solution de CyDTA (0,02 mol/l).

Ajouter 16 ml de solution d'hydroxyde de sodium (100 g/l) et 300 ml d'eau à 7,3 g d'acide cyclohexanediaminetétraacétique (hydrate) et chauffer jusqu'à dissolution. Après refroidissement, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait et homogénéiser.

7.3.2.3 Solution étalon de zinc (0,02 mol/l).

7.3.2.4 Solution d'orange de xylénol (1 g/l).

7.3.2.5 Acide sulfurique (1+2).

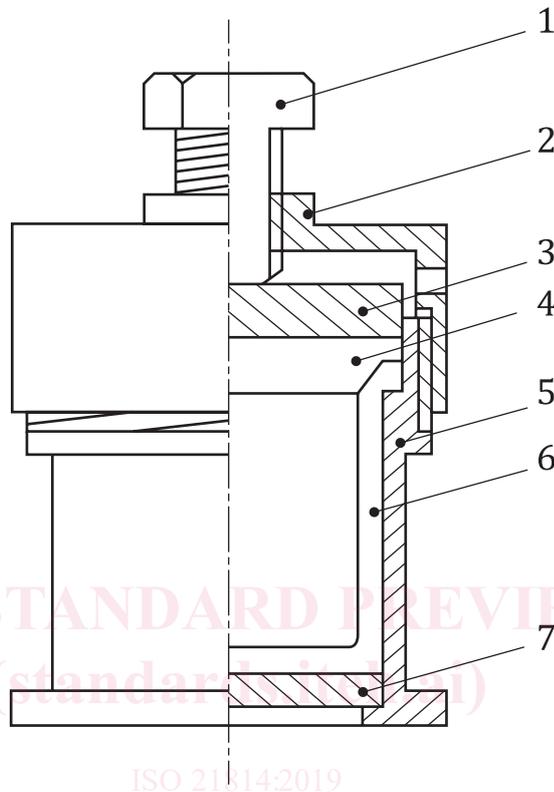
7.3.3 Appareillage et instruments

Utiliser les appareils et instruments courants de laboratoire pour l'analyse chimique conformément à l'ISO 26845:2008, Article 4.

7.3.3.1 Creuset en platine (20 ml).

7.3.3.2 Récipient de décomposition sous pression; un récipient de décomposition sous pression du commerce peut généralement être utilisé.

La [Figure 1](#) présente un exemple. Utiliser ces récipients exclusivement pour cette analyse afin d'éviter toute contamination croisée.



Légende standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bfb7be56-4b60-4e68-b67c-9e5e33a0db3e/iso-21814-2019

- 1 vis centrale
- 2 couvercle vissé
- 3 plaque supérieure
- 4 couvercle en PTFE
- 5 cylindre
- 6 récipient en PTFE
- 7 plaque inférieure

Figure 1 — Exemple de récipient de décomposition hermétique

7.3.3.3 Bain d'air, capable de chauffer à $200\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

7.3.4 Mode opératoire

7.3.4.1 Décomposition de l'échantillon

Peser 0,75 g d'échantillon dans un creuset en platine et ajouter 15 ml d'acide sulfurique (1+2). Placer le creuset dans un récipient de décomposition sous pression et fermer conformément aux instructions du fabricant. Si un dispositif antistatique est disponible pendant la pesée, l'échantillon peut être directement pesé dans le récipient. Placer le récipient dans un bain d'air et chauffer à $200\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 16 h. Il est également possible de procéder à une décomposition sous pression en milieu acide avec rayonnement micro-ondes si cette technique est disponible.