
**Céramiques techniques — Méthodes
pour l'analyse chimique des poudres
d'oxyde de zirconium**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Methods for chemical analysis of zirconium oxide powders*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23739:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89908206-a6a5-44de-922f-1840cdddcab/iso-23739-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23739:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89908206-a6a5-44de-922f-1840cdddcab/iso-23739-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Analytes et plages	1
5 Préparation de l'échantillon pour essai	2
5.1 Généralités	2
5.2 Échantillonnage	2
5.3 Séchage	2
5.4 Pesée	2
6 Consignation des valeurs analytiques	2
6.1 Nombre d'analyses	2
6.2 Essai à blanc	2
6.3 Évaluation des valeurs analytiques	2
6.4 Expression des valeurs analytiques	3
7 Décomposition de l'échantillon pour essai	3
7.1 Classification des méthodes de décomposition de l'échantillon	3
7.2 Décomposition sous pression acide	3
7.2.1 Réactifs	3
7.2.2 Appareillage et instruments	3
7.2.3 Mode opératoire	4
7.2.4 Essai à blanc	4
7.3 Fusion alcaline	5
7.3.1 Réactifs	5
7.3.2 Appareillage et instruments	5
7.3.3 Mode opératoire	5
7.3.4 Essai à blanc	5
8 Détermination de la teneur en zirconium	6
8.1 Précipitation et méthode gravimétrique	6
8.1.1 Principe	6
8.1.2 Réactifs	6
8.1.3 Appareillage et instruments	6
8.1.4 Mode opératoire	6
8.1.5 Essai à blanc	7
8.1.6 Calculs	7
8.2 Méthode ICP-OES	7
8.2.1 Principe	7
8.2.2 Réactifs	7
8.2.3 Appareillage et instruments	7
8.2.4 Mode opératoire	7
8.2.5 Essai à blanc	8
8.2.6 Tracé de la courbe d'étalonnage	8
8.2.7 Calculs	8
9 Détermination des teneurs en éléments majeurs	8
9.1 Précipitation et méthode gravimétrique (pour l'yttrium)	8
9.1.1 Principe	8
9.1.2 Réactifs	8
9.1.3 Appareillage et instruments	9
9.1.4 Mode opératoire	9
9.1.5 Essai à blanc	9
9.1.6 Calculs	9

9.2	Méthode ICP-OES (pour le calcium, le hafnium, le magnésium et l'yttrium)	9
9.2.1	Principe	9
9.2.2	Réactifs	10
9.2.3	Appareillage et instruments	10
9.2.4	Mode opératoire	10
9.2.5	Essai à blanc	10
9.2.6	Tracé de la courbe d'étalonnage	11
9.2.7	Calculs	11
10	Détermination des teneurs en éléments traces	11
10.1	Principe	11
10.2	Réactifs	11
	10.2.1 Solution étalon élémentaire	11
	10.2.2 Solution étalon mixte (chaque élément 50 mg/l)	12
10.3	Appareillage et instruments	12
10.4	Mode opératoire	12
10.5	Essai à blanc	13
10.6	Tracé de la courbe d'étalonnage	13
10.7	Calculs	14
11	Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Résultats analytiques obtenus à partir de l'essai interlaboratoires		15
Bibliographie		16

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23739:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89908206-a6a5-44de-922f-1840cdddcab/iso-23739-2021>

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/iso/fr/avant-propos.html.

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 pour l'analyse chimique des poudres d'oxyde de zirconium

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes pour l'analyse chimique des poudres d'oxyde de zirconium utilisées comme matières premières pour les céramiques techniques.

Il stipule les méthodes de détermination des teneurs en zirconium, aluminium, baryum, calcium, cérium, cobalt, gadolinium, hafnium, fer, magnésium, potassium, silicium, sodium, strontium, titane et yttrium dans les poudres d'oxyde de zirconium pour les céramiques techniques. L'échantillon pour essai est décomposé par décomposition sous pression acide ou par fusion alcaline. Les teneurs en zirconium et en yttrium sont déterminées en utilisant soit une précipitation et une méthode gravimétrique, soit une méthode par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES). Les teneurs en aluminium, baryum, calcium, cérium, cobalt, gadolinium, hafnium, fer, magnésium, potassium, silicium, sodium, strontium et titane sont déterminées par la méthode ICP-OES.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées*

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*

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

- Zirconium (Zr), plage de 60 % à 74 % (fraction massique).
- Aluminium (Al), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Baryum (Ba), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Calcium (Ca), plage de 0,01 % à 6 % (fraction massique).
- Cérium (Ce), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).

- Cobalt (Co), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Gadolinium (Gd), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Hafnium (Hf), plage de 0,01 % à 2 % (fraction massique).
- Fer (Fe), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Magnésium (Mg), plage de 0,01 % à 6 % (fraction massique).
- Potassium (K), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Sodium (Na), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Silicium (Si), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Strontium (Sr), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Titane (Ti), plage de 0,01 % à 0,5 % (fraction massique).
- Yttrium (Y), plage de 0,01 % à 15 % (fraction massique).

5 Préparation de l'échantillon pour essai

5.1 Généralités

La méthode de préparation de l'échantillon doit être en conformité avec l'ISO 8656-1, sauf accord contraire mutuel entre l'analyste et le client.

5.2 Échantillonnage

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

5.3 Séchage

Placer 10 g d'échantillon dans un vase à peser de type plat (60 mm × 30 mm) et étaler uniformément au fond du vase. Placer le vase dans un bain d'air à $110\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 2 h, non recouvert, et refroidir dans un dessiccateur, couvert, pendant 1 h.

5.4 Pesée

Sur une balance, peser l'échantillon pour essai à 0,1 mg près de la quantité requise.

6 Consignation des valeurs analytiques

6.1 Nombre d'analyses

Analyser l'échantillon pour essai deux fois, des 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

Lorsque l'écart entre les deux valeurs analytiques ne dépasse pas la valeur de la tolérance ([Tableau 1](#)), la valeur moyenne doit être consignée. Lorsque l'écart entre les deux valeurs analytiques dépasse la valeur de la tolérance, réaliser deux analyses supplémentaires. Lorsque l'écart entre ces deux analyses

supplémentaires ne dépasse pas la valeur de la tolérance, la valeur moyenne correspondante doit être consignée. Si l'écart dépasse aussi la valeur de la tolérance, la médiane des quatre valeurs analytiques doit être consignée.

Tableau 1 — Tolérances pour les valeurs analytiques

Unités: % (fraction massique)

Composant	Zr	Ca, Hf, Mg, Y	Al, Ba, Ce, Co, Gd, Fe, K, Na, Si, Sr, Ti
Tolérance	0,70	0,01 ^a 0,1 ^b	0,01
^a Applicable à une teneur inférieure à 0,1 %.			
^b Applicable à une teneur d'au moins 0,1 %.			

6.4 Expression des valeurs analytiques

Les valeurs analytiques doivent être indiquées en % (fraction massique) à l'état sec. Les résultats doivent être exprimés avec deux décimales (voir l'[Annexe A](#)).

7 Décomposition de l'échantillon pour essai

7.1 Classification des méthodes de décomposition de l'échantillon

- Décomposition sous pression acide.
- Fusion alcaline, pour la détermination des teneurs des éléments majeurs, tels que le zirconium, le calcium, le hafnium, le magnésium et l'yttrium, et aussi pour la détermination de la teneur en silicium.

7.2 Décomposition sous pression acide

7.2.1 Réactifs

Il faut s'assurer que les réactifs sont d'une pureté suffisamment élevée pour permettre leur utilisation sans compromettre la précision de la détermination.

7.2.1.1 Eau, de qualité 1 ou supérieure, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

7.2.1.2 Acide sulfurique (1+1).

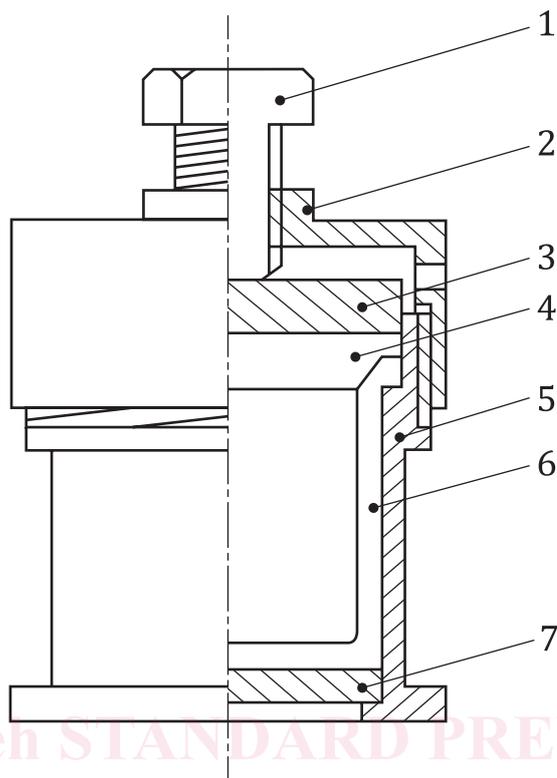
7.2.2 Appareillage et instruments

Utiliser le matériel et les instruments courants de laboratoire, ainsi que ce qui suit:

7.2.2.1 Récipient de décomposition sous pression. Un récipient de décomposition sous pression est illustré à la [Figure 1](#). Utiliser le récipient exclusivement pour cette analyse afin d'éviter une contamination croisée.

7.2.2.2 Flacon en polytétrafluoroéthylène (PTFE), avec bouchon.

7.2.2.3 Bain d'air, pouvant chauffer à $230\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.



Légende

- 1 vis centrale
- 2 bouchon vissant
- 3 plaque supérieure
- 4 bouchon en PTFE
- 5 cylindre
- 6 flacon en PTFE
- 7 plaque inférieure

Figure 1 — Exemple de récipient de décomposition sous pression

7.2.3 Mode opératoire

Peser 0,2 g de l'échantillon pour essai dans un flacon en polytétrafluoroéthylène (7.2.2.2) et ajouter 10 ml d'acide sulfurique (1+1). Mettre le flacon en PTFE dans un récipient de décomposition sous pression (7.2.2.1) et fermer le récipient selon les instructions du fabricant. Placer le récipient dans un bain d'air et chauffer à $230\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant 16 h.

Après refroidissement, désassembler le récipient et transférer la solution dissoute dans un bécher de 150 ml. Laver le flacon six fois avec environ 10 ml d'eau chaude à chaque fois et récupérer les eaux de rinçage dans le bécher. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, la diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et bien mélanger. Cette solution est la solution d'échantillon.

7.2.4 Essai à blanc

Réaliser l'opération décrite en 7.2.3 sans prélever un échantillon, afin d'obtenir la valeur d'essai à blanc. La solution obtenue est la solution d'essai à blanc.

7.3 Fusion alcaline

7.3.1 Réactifs

Il faut s'assurer que les réactifs sont d'une pureté suffisamment élevée pour permettre leur utilisation sans compromettre la précision de la détermination.

7.3.1.1 Eau, de qualité 1 ou supérieure, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

7.3.1.2 Tétraborate de lithium ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), en poudre, d'une pureté supérieure à 99,995 % sur la base des métaux traces.

Certains produits de tétraborate de lithium du commerce peuvent contenir des impuretés, telles que du calcium, du potassium, du silicium et du sodium. Vérifier leur conformité avec l'essai avant utilisation.

7.3.1.3 Acide chlorhydrique (35 %, fraction massique).

7.3.2 Appareillage et instruments

Utiliser le matériel et les instruments courants de laboratoire, ainsi que ce qui suit:

7.3.2.1 Creuset en platine (30 ml), chauffé à $1\,200\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ pendant 15 min, puis refroidi à température ambiante dans un dessiccateur.

7.3.2.2 Couvercle en platine.

7.3.2.3 Four électrique, pouvant fonctionner à $1\,300\text{ °C}$.

7.3.2.4 Bain à ultrasons.

7.3.3 Mode opératoire

Mélanger 0,2 g de l'échantillon pour essai et 1,0 g de tétraborate de lithium ([7.3.1.2](#)) dans un creuset en platine ([7.3.2.1](#)). Ajouter 1,0 g de tétraborate de lithium à l'échantillon mélangé. Après avoir recouvert le creuset avec un couvercle en platine ([7.3.2.2](#)), le placer dans un four électrique ([7.3.2.3](#)).

Augmenter la température du four graduellement et chauffer le creuset à $1\,200\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ jusqu'à ce que le contenu soit complètement décomposé.

Sortir le creuset du four et le refroidir à température ambiante.

Mettre le creuset et le couvercle en platine dans un bécher de 150 ml contenant 20 ml d'acide chlorhydrique ([7.3.1.3](#)) et 100 ml d'eau ([7.3.1.1](#)). Après avoir recouvert le bécher avec un verre de montre, le chauffer dans un bain à ultrasons ([7.3.2.4](#)) jusqu'à ce que le mélange fondu soit complètement dissous dans la solution.

Sortir le bécher du bain à ultrasons. Laver le verre de montre, le creuset et le couvercle en platine plusieurs fois avec environ 50 ml d'eau et récupérer les eaux de rinçage dans le bécher. Après refroidissement, transférer la solution dans une fiole jaugée de 200 ml, la diluer avec de l'eau jusqu'au trait de jauge et bien mélanger. Cette solution est la solution d'échantillon.

7.3.4 Essai à blanc

Réaliser l'opération décrite en [7.3.3](#) sans prélever un échantillon, afin d'obtenir la valeur d'essai à blanc. La solution obtenue est la solution d'essai à blanc.