
**Abrasifs en grains ou en roche —
Analyse chimique du carbure de
silicium**

Abrasive grains and crude — Chemical analysis of silicon carbide

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/PRF 9286](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>

PROOF / ÉPREUVE



Numéro de référence
ISO 9286:2021(F)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO/PRF 9286

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>



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	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Analyse des impuretés de surface	1
4.1 Généralités.....	1
4.2 Échantillonnage.....	1
4.3 Préparation de l'échantillon.....	1
4.3.1 Grains fins.....	1
4.3.2 Grains grossiers.....	2
4.3.3 Roches brutes.....	2
4.4 Dosage du carbone superficiel ($C_{\text{surf/free}}$).....	3
4.4.1 Principe.....	3
4.4.2 Détection par méthode gravimétrique.....	3
4.4.3 Détection par absorption infrarouge (IR).....	5
4.5 Dosage du dioxyde de silicium superficiel ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$).....	6
4.5.1 Généralités.....	6
4.5.2 Détection par des réactions de dissolution au HF/KF.....	6
4.5.3 Perte d'acide fluorhydrique.....	8
4.5.4 Spectrophotométrie au bleu de molybdène.....	10
4.6 Dosage du silicium superficiel (Si_{surf}).....	12
4.6.1 Généralités.....	12
4.6.2 Méthode volumétrique avec de l'hydrogène gazeux.....	12
4.6.3 Méthode par déplacement d'argent.....	15
4.6.4 Spectrophotométrie au bleu de molybdène.....	16
4.7 Dosage de la perte au traitement par l'acide (LAT, loss on acid treatment).....	17
4.7.1 Principe.....	17
4.7.2 Réactifs.....	18
4.7.3 Appareillage.....	18
4.7.4 Mode opératoire.....	18
4.7.5 Expression des résultats.....	18
4.8 Dosage du carbone total (C_{total}).....	19
4.8.1 Principe.....	19
4.8.2 Détection par méthode gravimétrique.....	19
4.8.3 Détection par absorption infrarouge (IR).....	20
4.9 Dosage du fer superficiel (Fe_{surf}), de l'aluminium superficiel (Al_{surf}), du calcium superficiel (Ca_{surf}) et du magnésium superficiel (Mg_{surf}).....	20
4.9.1 Principe.....	20
4.9.2 Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (SAA).....	20
4.9.3 Méthode par plasma à couplage inductif (PCI).....	20
4.10 Calcul de la teneur en carbure de silicium résiduel (SiC_R).....	20
4.10.1 SiC résiduel issu de la LAT.....	20
4.10.2 SiC résiduel issu des impuretés analysées.....	21
4.10.3 SiC résiduel issu du carbone total et du carbone libre.....	21
5 Rapport d'essai	22

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 29, *Petit outillage*, sous-comité SC 5, *Meules et abrasifs*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9286:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le domaine d'application a été restreint de sorte qu'il contienne uniquement le sujet du document et les aspects couverts;
- la structure du document a été révisée dans son intégralité en raison de plusieurs nouveaux paragraphes;
- un nouvel [Article 3](#) «Termes et définitions» a été ajouté;
- [4.3](#) (anciennement 3.2) «Préparation de l'échantillon» a été révisé;
- [4.4](#) (anciennement 3.4) «Dosage du carbone superficiel (C_{surf} /libre)» a été révisé et est composé de [4.4.2](#) «Détection par méthode gravimétrique» et de [4.4.3](#) «Détection par absorption infrarouge (IR)» avec une méthode directe et indirecte;
- [4.5](#) (anciennement 3.6) «Dosage du dioxyde de silicium superficiel ($SiO_{2\text{surf}}$)» a été révisé et est composé de [4.5.2](#) «Détection par des réactions de dissolution au HF/KF» et [4.5.3](#) «Perte d'acide fluorhydrique»; et [4.5.4](#) «Spectrophotométrie au bleu de molybdène» a été ajouté;
- [4.6](#) (anciennement 3.3) «Dosage du silicium superficiel (Si_{surf})» a été révisé; et [4.6.3](#) «Méthode par déplacement d'argent» et [4.6.4](#) «Spectrophotométrie au bleu de molybdène» ont été ajoutés;

- l'ancien 3.7 «Calcul de la teneur en carbure de silicium résiduel (SiC_R)» a été déplacé en [4.10](#);
- les anciens 3.8 et 3.9 pour le dosage du fer superficiel ont été révisés et déplacés en [4.9](#), composé des méthodes de détection suivantes: spectrométrie d'absorption atomique (SAA) et plasma à couplage inductif (PCI);
- les anciens 3.10 et 3.11 pour le dosage de l'oxyde d'aluminium superficiel ont été supprimés et le dosage de l'aluminium superficiel a été ajouté en [4.9](#);
- l'ancien 3.12 pour le dosage de l'oxyde de calcium superficiel et de l'oxyde de magnésium superficiel a été supprimé et le dosage du calcium superficiel et du magnésium superficiel a été ajouté en [4.9](#);
- l'ancien [4.3](#) «Dosage du carbone total» a été révisé en ajoutant la détection par absorption infrarouge (IR) et a été déplacé en [4.8](#);
- les anciennes Annexes A et B ont été supprimées.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/PRF 9286](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/PRF 9286

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>

Abrasifs en grains ou en roche — Analyse chimique du carbure de silicium

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les analyses chimiques des grains abrasifs et des roches brutes à base de carbure de silicium. Il est applicable au dosage des impuretés de surface des grains abrasifs et au dosage de la teneur en SiC des roches brutes concassées, lorsque la teneur en carbure de silicium est supérieure à 95 % (fraction massique).

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 9138, *Grains abrasifs — Échantillonnage et division*

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 Analyse des impuretés de surface

4.1 Généralités

Le présent article s'applique au dosage des impuretés de surface des grains abrasifs et des roches brutes dans leurs granulométrie et état initiaux.

Tous les réactifs utilisés pour les analyses spécifiées dans le présent document doivent au minimum être de qualité p.a. (pour analyse).

4.2 Échantillonnage

L'échantillon doit être prélevé dans le lot de grains de SiC à analyser conformément à la méthode spécifiée dans l'ISO 9138.

4.3 Préparation de l'échantillon

4.3.1 Grains fins

Cela s'applique au dosage des impuretés de surface des grains abrasifs dans leurs granulométrie et état initiaux pour des grains de taille F500 et plus fins ainsi que des grains de taille P1500 et plus fins. L'analyse chimique superficielle doit être effectuée sur des grains abrasifs pris tels quels.

L'échantillon doit être séché à (110 ± 5) °C jusqu'à ce qu'une masse constante soit obtenue.

4.3.2 Grains grossiers

4.3.2.1 Préparation de l'échantillon pour le dosage des impuretés de surface

Cela s'applique aux grains abrasifs dans leurs granulométrie et état initiaux pour des grains de taille F400 et plus grossiers ainsi que des grains de taille P1200 et plus grossiers.

L'échantillon doit être séché à (110 ± 5) °C jusqu'à ce qu'une masse constante soit obtenue.

4.3.2.2 Préparation de l'échantillon pour le dosage du carbone total et du carbone libre

Cela s'applique aux grains abrasifs dans leurs granulométrie et état initiaux pour des grains de taille F150 à F400 ainsi que des grains de taille P180 à P1200.

L'échantillon doit être séché à (110 ± 5) °C jusqu'à ce qu'une masse constante soit obtenue.

Les grains de taille F120 et plus grossiers ainsi que les grains de taille P150 et plus grossiers doivent être concassés jusqu'à ce que tout le matériau passe à travers un tamis de 150 µm.

Si un mortier en acier est utilisé, la quantité de fer contaminant supplémentaire dans l'échantillon est généralement inférieure à 0,1 % (fraction massique) et donc négligeable. Si la quantité de fer contaminant supplémentaire est supérieure à 0,1 % (fraction massique), il est recommandé de faire un dosage en parallèle sur un échantillon ne contenant pas de fer (conformément à 4.9), en tenant compte du fer ajouté en raison du broyage dans un mortier en acier. L'échantillon doit ensuite être broyé en utilisant un mortier en métal dur ou en carbure de bore.

La masse de l'échantillon pour analyse doit être corrigée sur la base de la [Formule \(1\)](#).

$$m_s = \frac{m_{s1} \cdot (100 - c)}{100} \quad \text{https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286} \quad (1)$$

où

m_s est la masse corrigée de l'échantillon, en grammes (g);

m_{s1} est la masse de l'échantillon contenant le métal, séché conformément à 4.3.2.1, en grammes (g);

c est la quantité de fer ajoutée en raison du broyage, fraction massique en pour cent (%).

4.3.3 Roches brutes

L'échantillon de roches brutes doit être préparé selon le mode opératoire suivant:

Pré-sécher un échantillon de 20 kg environ composé de différents morceaux dans une étuve à (110 ± 5) °C.

Broyer l'échantillon dans un concasseur à mâchoires de laboratoire jusqu'à une granulométrie inférieure à 2,5 mm. Tamiser l'échantillon avec un tamis de 2,5 mm, broyer le résidu trop gros et tamiser de nouveau. Continuer de la même manière jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon soit passée à travers le tamis. Broyer les derniers grains grossiers dans un mortier en acier, car le concasseur à mâchoires de laboratoire est inefficace pour les petites quantités. Mélanger l'échantillon complet jusqu'à ce qu'il soit homogène.

Réduire la taille de l'échantillon à 1 kg en utilisant un diviseur d'échantillon conformément à l'ISO 9138.

Broyer l'échantillon de 1 kg (<2,5 mm) dans un broyeur à rouleaux de laboratoire jusqu'à une granulométrie inférieure à 1 mm. Tamiser l'échantillon avec un tamis de 1 mm, broyer le résidu trop gros et tamiser de nouveau. Continuer de la même manière jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon

soit passée à travers le tamis. Broyer les derniers grains grossiers dans un mortier en acier, car le concasseur à rouleaux de laboratoire est inefficace pour les petites quantités. Mélanger l'échantillon complet jusqu'à ce qu'il soit homogène.

Réduire la taille de l'échantillon à 100 g en utilisant un diviseur d'échantillon conformément à l'ISO 9138.

Broyer l'échantillon de 100 g (<1 mm) dans un appareil adapté (par exemple, mortier en acier) jusqu'à une granulométrie inférieure à 0,5 mm. Tamiser l'échantillon avec un tamis de 0,5 mm, broyer le résidu trop gros et tamiser de nouveau. Continuer de la même manière jusqu'à ce que la totalité de l'échantillon soit passée à travers le tamis. Mélanger l'échantillon complet jusqu'à ce qu'il soit homogène.

Réduire la taille de l'échantillon à 25 g en utilisant un diviseur d'échantillon conformément à l'ISO 9138.

Broyer l'échantillon de 25 g (<0,5 mm) de la même manière que ci-dessus pour obtenir une granulométrie inférieure à 0,15 mm. Mélanger l'échantillon complet jusqu'à ce qu'il soit homogène.

Sécher l'échantillon finement broyé jusqu'à ce qu'une masse constante soit obtenue en utilisant une étuve à (110 ± 5) °C.

Si un mortier en acier est utilisé, la quantité de fer contaminant supplémentaire dans l'échantillon est généralement inférieure à 0,1 % (fraction massique) et donc négligeable. Si la quantité de fer contaminant supplémentaire est supérieure à 0,1 % (fraction massique), il est recommandé de faire un dosage en parallèle sur un échantillon ne contenant pas de fer (conformément à 4.9), en tenant en compte du fer ajouté en raison du broyage dans un mortier en acier. L'échantillon doit être broyé en utilisant un mortier en métal dur ou en carbure de bore.

La masse de l'échantillon pour analyse doit être corrigée sur la base de la [Formule \(1\)](#).

4.4 Dosage du carbone superficiel ($C_{\text{surf/free}}$)

4.4.1 Principe

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>

En fonction de la préparation de l'échantillon, les valeurs obtenues sont utilisées pour le dosage des impuretés (C_{surf}) ou pour le calcul de la teneur en carbure de silicium (C_{free}).

Pour les grains plus fins que F120 et P150: $(C_{\text{surf}}) = (C_{\text{free}})$.

Le dosage du carbone est obtenu en chauffant l'échantillon dans un courant d'oxygène à l'intérieur d'un four à combustion. Le dioxyde de carbone libéré doit être détecté par l'une des méthodes suivantes: méthode gravimétrique (voir 4.4.2) ou par absorption infrarouge (IR) (voir 4.4.3).

4.4.2 Détection par méthode gravimétrique

4.4.2.1 Appareillage

4.4.2.1.1 Appareillage de combustion, conformément à la [Figure 1](#).

4.4.2.2 Mode opératoire

Avant de commencer les mesures, purger le four de combustion en utilisant un courant d'oxygène pendant 10 min à 15 min. À partir de l'échantillon préparé conformément à 4.3, prélever une prise d'essai (m) de 2 g pesée à ± 1 mg près et la placer dans une nacelle de combustion préalablement calcinée et tarée. Peser le tube d'absorption à ± 1 mg près et l'introduire dans le four de combustion. Placer la nacelle de combustion contenant la prise d'essai dans la zone chaude du four tubulaire entre 900 °C et 915 °C. Faire passer un courant d'oxygène pendant 30 min à un débit de 100 ml/min dans l'appareillage de combustion. Enlever le tube d'absorption et le peser. L'augmentation de masse correspond à la masse du dioxyde de carbone (m_2). Déterminer la masse du résidu de la nacelle de combustion (m_1) à ± 1 mg près après l'avoir refroidie dans un dessiccateur.

4.4.2.3 Expression des résultats

La teneur en carbone superficiel est calculée conformément à la [Formule \(2\)](#).

$$w_{C_surf} = \frac{(0,272\,9 \cdot m_2) - (0,375\,4 \cdot m_3)}{m} \cdot 100 \quad (2)$$

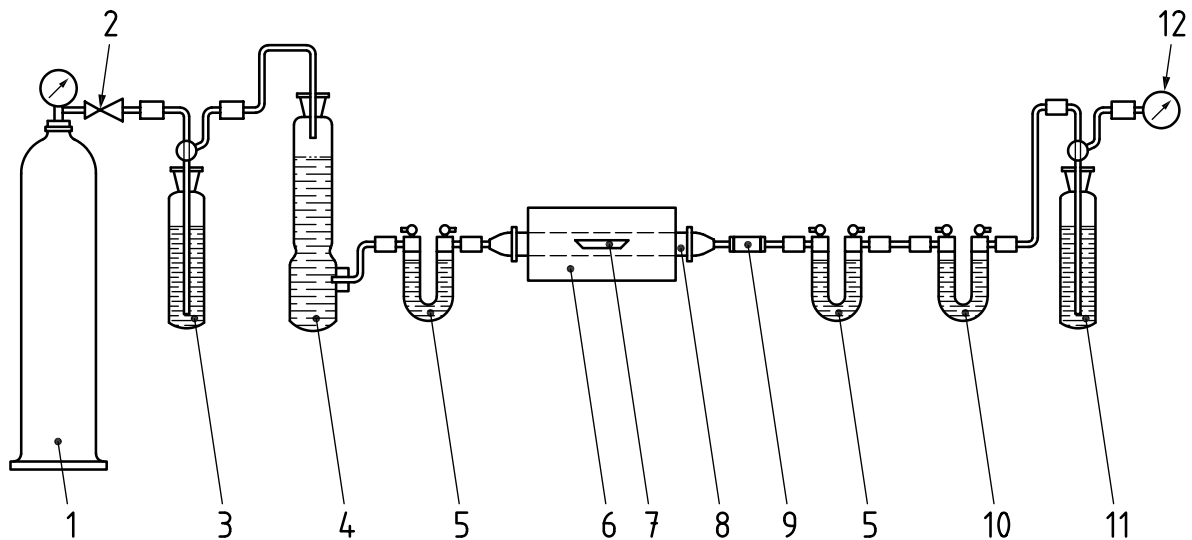
où

- w_{C_surf} est la teneur en carbone superficiel (C_{surf}), fraction massique en pour cent (%);
- m est la masse de la prise d'essai avant combustion, en grammes (g);
- m_1 est la masse de la prise d'essai après combustion, en grammes (g);
- m_2 est la masse de dioxyde de carbone, en grammes (g);
- $m_3 = m_1 - m + 0,272\,9 m_2$
- 0,272 9 est le quotient de la masse moléculaire du carbone $M_r(C)$ et du dioxyde de carbone $M_r(CO_2)$;
- 0,375 4 est le quotient de la masse moléculaire du carbone $M_r(C)$ et de l'oxygène $M_r(O_2)$.

La méthode de dosage et de calcul compense une possible oxydation du carbure de silicium.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16b34c05-7170-40d8-829c-7ca0e8feb4b/iso-prf-9286>



Légende

- 1 bouteille d'oxygène
- 2 vanne de régulation de pression
- 3 flacon laveur pour gaz contenant de l'acide sulfurique concentré
- 4 colonne à dessécher contenant de l'hydroxyde de sodium sur un support
- 5 tube d'absorption en U contenant du perchlorate de magnésium
- 6 four à résistance contrôlable jusqu'à 1 000 °C
- 7 nacelle de combustion
- 8 tube de combustion
- 9 tube rempli de percarbamide
- 10 tube d'absorption en U contenant de l'hydroxyde de sodium sur un support et du perchlorate de magnésium
- 11 flacon laveur pour gaz contenant une solution à 5 % de chlorure de palladium (II)
- 12 manomètre

Figure 1 — Appareillage de combustion pour le dosage gravimétrique utilisant un four à résistance

4.4.3 Détection par absorption infrarouge (IR)

4.4.3.1 Méthode directe

4.4.3.1.1 Principe

La méthode peut être appliquée si une considération de l'oxydation du carbure de silicium n'est pas nécessaire.

4.4.3.1.2 Appareillage

Différents types d'instruments pour l'analyse du dosage du carbone par combustion et détection IR sont disponibles. Il est constitué d'un purificateur d'oxygène, d'un tube de combustion, d'un raffineur de gaz et d'un analyseur IR.

4.4.3.1.3 Mode opératoire et expression des résultats

À partir de l'échantillon préparé conformément à 4.3, prélever une prise d'essai (m). Suivre les instructions disponibles pour l'instrument et enregistrer le carbone superficiel ou libre détecté.

4.4.3.2 Méthode indirecte

4.4.3.2.1 Principe

La méthode doit être appliquée si une considération de l'oxydation du carbure de silicium est nécessaire.

4.4.3.2.2 Appareillage

Utiliser l'appareillage tel que spécifié en [4.4.3.1.2](#).

4.4.3.2.3 Mode opératoire

À partir de l'échantillon préparé conformément à [4.3](#), prélever une prise d'essai (m). Suivre les instructions disponibles pour l'instrument. Après combustion, refroidir la prise d'essai dans un dessiccateur et peser la prise d'essai (m_1) avec une exactitude de ± 1 mg.

4.4.3.2.4 Expression des résultats

La teneur en carbone superficiel ou libre est calculée conformément à la [Formule \(3\)](#).

$$w_{C_{\text{surf/free}}} = \frac{m_c - 0,3754 \cdot (m_1 - m + m_c)}{m} \cdot 100 \quad (3)$$

où

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

$w_{C_{\text{surf/free}}}$ est la teneur en carbone superficiel ou libre ($C_{\text{surf/free}}$), fraction massique en pour cent (%);

m_c est la masse de carbone détectée sous forme de CO_2 par l'instrument, en grammes (g);

m_1 est la masse de la prise d'essai après combustion, en grammes (g);

m est la masse de la prise d'essai avant combustion, en grammes (g);

0,3754 est le quotient de la masse moléculaire du carbone $M_r(\text{C})$ et de l'oxygène $M_r(\text{O}_2)$.

4.5 Dosage du dioxyde de silicium superficiel ($\text{SiO}_{2\text{surf}}$)

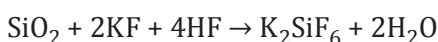
4.5.1 Généralités

Cette méthode convient au dosage de la teneur en SiO_2 superficiel dans le SiC et est basée sur les réactions conformes à [4.5.2](#) et [4.5.3](#). Si des silicates et/ou des siliciures sont présents, il peut y avoir une réaction conduisant à des résultats de $\text{SiO}_{2\text{surf}}$ trop élevés.

4.5.2 Détection par des réactions de dissolution au HF/KF

4.5.2.1 Principe

Cette méthode est basée sur les réactions suivantes:



Le K_2SiF_6 est séparé et titré à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH).



La méthode peut être appliquée en présence de l'élément silicium car il ne réagit pas dans les conditions de ce mode opératoire.