



Norme
internationale

ISO 21068-2

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du SiAlON —

**Partie 2:
Dosage des composés volatils, du carbone total, du carbone libre, du carbure de silicium, du silicium total et libre et de la silice libre et superficielle**

Chemical analysis of raw materials and refractory products containing silicon-carbide, silicon-nitride, silicon-oxynitride and sialon —

Part 2: Determination of volatile components, total carbon, free carbon, silicon carbide, total and free silicon, free and surface silica

**Deuxième édition
2024-06**

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 21068-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Dosage des composés volatils par des méthodes gravimétriques	2
4.1 Généralités	2
4.2 Détermination de la perte au séchage à 250 °C (W_{LOD250})	2
4.2.1 Principe	2
4.2.2 Appareillage	2
4.2.3 Mode opératoire	2
4.2.4 Calcul	2
4.3 Détermination de la perte au feu sous argon (W_{LOIAr})	3
4.3.1 Principe	3
4.3.2 Appareillage	3
4.3.3 Montage d'essai	3
4.3.4 Réactifs	4
4.3.5 Mode opératoire	4
4.3.6 Calcul	5
5 Détermination de la teneur en carbone total	5
5.1 Domaine d'application	5
5.2 Techniques de combustion	5
5.2.1 Combustion dans un four à résistance avec du borate de plomb ou de l'étain comme agent de décomposition	6
5.2.2 Combustion dans un four à induction (IF) avec une poudre métallique comme agent de décomposition	7
5.3 Techniques de détection	8
5.3.1 Coulométrie	8
5.3.2 Détection du dioxyde de carbone libéré, CO ₂ , par absorption dans l'infrarouge (IR)	8
5.3.3 Méthode de conductivité thermique (CT)	8
5.4 Expression des résultats	9
6 Détermination de la teneur en carbone libre	9
6.1 Généralités	9
6.1.1 Méthodes directes	9
6.1.2 Méthodes indirectes	14
7 Détermination de la teneur en carbure de silicium	17
7.1 Généralités	17
7.2 Dosage du carbure de silicium, SiC, par la méthode indirecte	17
7.2.1 Principe	17
7.2.2 Calcul	18
7.2.3 Fidélité	18
7.3 Dosage du carbure de silicium, SiC, par des méthodes de combustion	18
7.3.1 Mode opératoire	18
7.3.2 Calcul	18
7.4 Dosage du carbure de silicium, SiC, par combustion à 750 °C	19
7.4.1 Principe	19
7.4.2 Production du résidu	19
7.4.3 Détermination de la teneur en carbone total du résidu	19
7.4.4 Calcul	19
8 Détermination de la teneur en silicium total	20

9	Détermination de la teneur en silicium libre	20
9.1	Principe.....	20
9.2	Traitement préparatoire à l'acide chlorhydrique.....	21
9.3	Détermination de la teneur en silicium libre par évolution de l'hydrogène.....	21
9.3.1	Réactifs.....	21
9.3.2	Appareillage.....	21
9.3.3	Masse de la prise d'essai.....	22
9.3.4	Mode opératoire.....	23
9.3.5	Essai à blanc.....	23
9.3.6	Calcul.....	23
10	Détermination de la teneur en silice libre	24
10.1	Principe.....	24
10.2	Réactifs.....	24
10.3	Appareillage.....	25
10.4	Préparation des échantillons.....	25
10.5	Mode opératoire.....	25
10.5.1	Dosage.....	27
10.5.2	Calcul et expression de la teneur en SiO ₂	27
11	Détermination de la teneur en silice superficielle	27
12	Expression des résultats	27
13	Rapport d'essai	27
Annexe A (informative)	Données de fidélité	28
Annexe B (informative)	Exemples de matériaux de référence certifiés pour l'étalonnage de l'analyseur de carbone	34
Annexe C (normative)	Correction de la teneur en carbone libre en cas d'oxydation du SiC	35
Bibliographie		36

Document Preview

[ISO 21068-2:2024](https://standards.iteh.ai/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024>

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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 33, *Matériaux réfractaires*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 187 *Produits et matériaux réfractaires*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 21068-2:2008) qui a fait l'objet d'une révision éditoriale et technique.

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

- Les méthodes décrites dans l'ISO 12698-1:2007 pour la dosage du carbone libre, du carbure de silicium et de la silice libre ont été incluses dans ce document;
- Les méthodes qui ne sont plus utilisées dans la pratique ont été supprimées;
- Les références normatives et la bibliographie ont été mises à jour;
- Le document a fait l'objet d'une révision éditoriale.

Une liste de toutes les parties de la norme ISO 21068 est disponible sur le site de l'ISO.

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.

Introduction

L'ISO 21068 a été élaborée à partir de l'EN 12698-1:2007^[1] et EN 12698-2:2007^[2] et EN 21068-1:2008^[3] EN 21068-2:2008^[4] EN 21068-3:2008^[5]. Les trois dernières normes ont été rédigées à l'origine en combinant la norme japonaise JIS R 2011:2007^[6] et des études menées au sein du CEN. Du fait du grand nombre de matériels de laboratoire utilisés, les méthodes les plus couramment utilisées sont décrites.

ISO 21068-4, est fondée sur la Norme européenne EN 12698-2:2007^[2] décrivant les méthodes de DRX pour la détermination de phases minéralogiques généralement présentes dans les produits réfractaires de carbure de silicium lié au nitrure et à l'oxynitrure à l'aide d'un diffractomètre à géométrie Bragg-Brentano.

L'ISO 21068 s'applique à l'analyse de tous les produits réfractaires tels qu'ils sont classés dans l'ISO 10081-1^[7] l'ISO 10081-2^[8] l'ISO 10081-3^[9] l'ISO 10081-4^[10] (matériaux façonnés) et l'ISO 1927-1^[11] (matériaux non façonnés) et des matériaux bruts contenant du carbone et/ou du carbure de silicium. Par conséquent, l'ISO 21068 couvre toute l'étendue de l'analyse, du carbure de silicium pur à la composition des réfractaires contenant de l'oxyde à faible teneur en nitrures et/ou en carbures de silicium. L'ISO 21068 fournit principalement des méthodes permettant de faire une distinction entre les différents types de liaisons de carbone comme le carbone total (C_{total}) et le carbone libre (C_{libre}) et en tire la teneur en carbure de silicium. La Partie 4 contient des détails relatifs à la préparation des échantillons ainsi que des principes généraux de l'analyse qualitative et quantitative de la composition des phases minéralogiques. La détermination quantitative de $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$, Si_2ON_2 , AlN et SiAlON est décrite.

En présence de carbone libre, la norme inclut différents traitements thermiques afin de déterminer les variations de masse par une méthode gravimétrique. Le résidu obtenu est fréquemment utilisé pour d'autres dosages.

L'ISO 21068, spécifie le dosage d'autres groupes de standards: les métaux libres, le silicium libre (Si_{libre}), l'aluminium libre (Al_{libre}), le magnésium libre (Mg_{libre}), le fer libre (Fe_{libre}) et le groupe des oxydes qu'il s'agisse de composés principaux ou présents à l'état de trace.

L'ISO 21068 décrit également le dosage du dioxyde de silicium, du silicium total, de l'oxygène, de l'azote et d'autres métaux oxydés fréquemment retrouvés dans les matériaux.

Elle donne une liste de méthodes d'analyse globalement structurée selon la composition du matériau. Cependant, il revient toujours à l'utilisateur d'apporter la démonstration de l'applicabilité de la méthode selon le matériau et les exigences de l'analyse.

Les techniques analytiques les plus largement utilisées telles que la spectroscopie à fluorescence des rayons X (FRX) et la spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES) ont pour inconvénient que les résultats analytiques sont indépendants de l'espèce chimique. Pour les matières premières céramiques et les compositions contenant du carbone, l'ISO 21068, fournit des méthodes d'analyse pour le dosage du carbone libre, et du SiC en présence de composés oxydés, en particulier SiO_2 .

En raison de la diversité de l'équipement de laboratoire, l'ISO 21068 récapitulent les techniques d'analyse largement utilisées qui aboutissent à des résultats équivalents. Par exemple, le dosage du carbone repose pour toutes les méthodes décrites sur la réaction du carbone avec l'oxygène à des températures élevées conduisant à la formation de CO_2 . Le dosage du carbone repose donc sur l'analyse du CO_2 .

Outre le carbone et les composés de carbure, le silicium métallique, l'aluminium métallique et le magnésium métallique sont également couverts. Tandis que le silicium métallique est principalement un matériau précurseur qui demeure après le processus de production du SiC dans les matières premières, l'aluminium métallique est ajouté comme antioxydant dans les formulations réfractaires contenant du carbone.

La plupart des composés oxydés, tels que Al_2O_3 , CaO, MgO, TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 et les alcalis, peuvent être dosés par FRX, ICP-OES ou des méthodes chimiques par voie humide (voir ISO 12677^[13], ISO 26845^[23], ISO 21587-1^[20], ISO 21587-2^[21] and ISO 21587-3^[22]). Ces résultats peuvent être corrigés par des formules fournies par l'ISO 21068 lors de la prise en compte des valeurs obtenues par le dosage du carbone, du SiC et des composants métalliques.

ISO 21068-2:2024(fr)

L'ISO 21068 fournit également des méthodes pour les déterminations qualitatives et quantitatives de la teneur en azote et le dosage de l'oxygène. De ce fait, seulement la teneur totale en azote et en oxygène est donnée; il est impossible de réaliser un dosage précis des composants sans carbure (oxydes et nitrures) de cette façon.

L'ISO 21068 fournit de méthodes pour distinguer quantitativement les différentes variétés de nitrures comme le nitrure de silicium, l'oxynitrure de silicium et le SiAlON.

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[ISO 21068-2:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024>

Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du SiAlON —

Partie 2:

Dosage des composés volatils, du carbone total, du carbone libre, du carbure de silicium, du silicium total et libre et de la silice libre et superficielle

1 Domaine d'application

Ce document spécifie des techniques d'analyse permettant de doser les composés volatils par un traitement thermique à des températures spécifiées ainsi que des méthodes permettant de déterminer les teneurs en carbone total, en carbone libre, en carbure de silicium, en silicium total et libre et en silice libre et superficielle des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium et de l'oxynitrure 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 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 9286:2021, *Abrasifs en grains ou en roche — Analyse chimique du carbure de silicium*

ISO 21068-1, *Analyse chimique des matières premières et des produits réfractaires contenant du carbure de silicium, du nitrure de silicium, de l'oxynitrure de silicium et du SiAlON — Partie 1: Informations générales et préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants la norme ISO 21068-1 s'appliquent.

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 Dosage des composés volatils par des méthodes gravimétriques

4.1 Généralités

Le dosage des composés volatils repose sur la variation de masse causée par le traitement thermique de l'échantillon à une température définie. La variation de masse est mesurée par pesée.

Le [Tableau 1](#) donne un aperçu des méthodes de dosage des composés volatils.

Tableau 1 — Méthodes de dosage des composés volatils

Nom de la méthode	Température	Paragraphe	Application
Perte au séchage (W_{LOD250})	250 °C	4.2	L'eau liée et l'eau combinée chimiquement sont éliminées par exemple dans l'argile contenant des formulations plastiques
Perte au feu sous argon (W_{LOIAr})	750 °C	4.3	Tous composés volatils de formulations contenant un liant à base de résine ou de brai sont éliminés

4.2 Détermination de la perte au séchage à 250 °C (W_{LOD250})

4.2.1 Principe

L'échantillon pour essai est chauffé à 250 °C ± 10 °C et la variation de masse est déterminée par une méthode gravimétrique.

4.2.2 Appareillage

4.2.2.1 Récipient résistant à la chaleur, ayant des dimensions, par exemple, de 200 mm × 150 mm × 30 mm, fabriqué en acier inoxydable.

4.2.2.2 Balance analytique, capable de mesurer à 0,01 g près.

4.2.3 Mode opératoire

Chauffer le récipient résistant à la chaleur de 250 °C ± 10 °C pendant 30 min. Le laisser refroidir dans un dessiccateur, peser et consigner sa masse à vide, m_0 , à 0,01 g près.

Transférer entre 100 g et 600 g de l'échantillon dans le récipient et le répartir uniformément. Ensuite, peser et consigner la masse, m_1 , du récipient et de l'échantillon à 0,01 g près.

Placer le récipient sans couvercle sous air et chauffer à 250 °C ± 10 °C pendant 16 heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser et consigner la masse, m_2 , du récipient et de l'échantillon séché à 0,01 g près.

4.2.4 Calcul

Calculer la perte au séchage à 250 °C, W_{LOD250} , exprimée en pourcentage de la masse, à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$W_{LOD250} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

$W_{LOD\ 250}$ est la perte au séchage à 250 °C, en pourcentage massique;

m_0 est la masse du récipient vide, en grammes;

m_1 est la masse du récipient plus celle de l'échantillon avant séchage, en grammes;

m_2 est la masse du récipient plus celle de l'échantillon après séchage, en grammes.

4.3 Détermination de la perte au feu sous argon ($W_{LOI\ Ar}$)

4.3.1 Principe

L'échantillon est chauffé dans une atmosphère d'argon à 750 °C afin d'éliminer les matières volatiles. La variation de masse est déterminée par une méthode gravimétrique.

NOTE Le résidu peut être utilisé pour le dosage du C_{total} , du SiC et du C_{libre} des matériaux contenant des matières organiques.

La variation de masse pendant le chauffage sous argon doit être prise en compte pour le calcul du C_{total} , du SiC et du C_{libre} .

4.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et les éléments suivants.

4.3.2.1 Balance analytique, capable de mesurer à 0,001 g près.

4.3.2.2 Tube en U, comportant des bouchons rodés et rempli de perchlorate de magnésium.

4.3.2.3 Four à résistance, pouvant atteindre une température de (750 ± 25) °C, au centre de la zone de chauffe.

4.3.2.4 Thermocouple avec écran, ayant une plage d'enregistrement allant jusqu'à 1 200 °C.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024>

4.3.2.5 Tube en céramique, comportant des cônes ou autres connecteurs imperméables au gaz, d'un diamètre adapté, fabriqué en porcelaine, sillimanite, quartz ou autre matériau adapté.

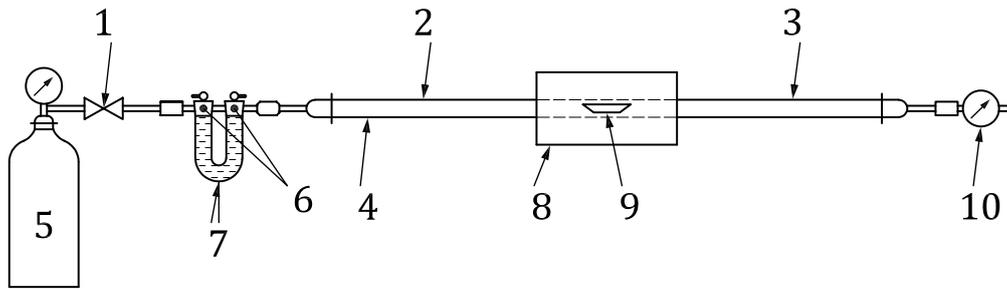
4.3.2.6 Nacelles de combustion ouvertes, en céramique non émaillée, dont la longueur correspond à la zone du four où la température est constante, les nacelles devant être suffisamment larges pour recevoir la quantité d'échantillon requise pour le dosage.

4.3.2.7 Débitmètre de gaz, ayant une plage de lecture allant jusqu'à 20 l/h environ.

Les éléments du circuit d'argon tels que les tubes et raccords doivent être réalisés à partir d'un matériau étanche à la diffusion d'oxygène. Les matériaux à utiliser de préférence sont le verre et le cuivre. La silicone n'est pas adaptée.

4.3.3 Montage d'essai

Le montage d'essai est configuré comme représenté à la [Figure 1](#).



Légende

1	vanne pour le contrôle de la pression	5	bouteille d'argon	9	nacelle de combustion
2	zone froide B	6	laine de verre	10	débitmètre de gaz
3	zone froide A	7	perchlorate de magnésium		
4	tube en céramique	8	four à résistance		

Figure 1 — Installation de l'appareillage pour la détermination de la perte au feu sous argon

4.3.4 Réactifs

4.3.4.1 Argon, 99,997 %.

4.3.5 Mode opératoire

4.3.5.1 Vérification du montage d'essai, détermination de la valeur de l'essai à blanc

Pour vérifier un montage d'essai récemment installé ou effectuer des vérifications de routine, au moins deux échantillons, dont la teneur en matières volatiles est connue, doivent être calcinés comme décrit en 4.3.5.2 avant de procéder à l'analyse de l'échantillon.

La différence entre le résultat obtenu conformément à 4.3.5.2 et la teneur en matières volatiles connue doit être utilisée comme valeur à blanc.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1634748e-e9b2-46df-896d-9d4bdaddf73b/iso-21068-2-2024>

4.3.5.2 Analyse

Effectuer au moins deux analyses.

Avant de l'utiliser, purger l'appareillage pendant au moins 15 min sous un courant d'argon (4.3.4.1).

Peser la nacelle de combustion vide qui a été préalablement chauffée à (750 ± 25) °C, refroidir à température ambiante et consigner la masse m_0 . Peser approximativement 2 g d'échantillon à 0,001 g près dans la nacelle de combustion et consigner la masse, m_1 .

Placer la nacelle de combustion et l'échantillon dans la zone froide A de l'appareillage à 200 °C. Faire passer l'argon à travers la zone froide à un débit garantissant au moins cinq renouvellements de gaz dans le tube pendant 15 min.

NOTE 1 Le débit d'argon requis peut être estimé conformément à la [Formule \(2\)](#):

$$F_{Ar} = \frac{\pi \times D^2 \times l}{200\,000} \tag{2}$$

où